



SKRIPSI - TK 141581

**PENGARUH LAJU ALIR BAHAN BAKAR PADA
SINTESIS ZnO DENGAN METODE *FLAME SPRAY*
*PYROLYSIS***

Ridho Budi Insani
NRP 2310100 045
Himawan Ramadhan Auditardy
NRP 2311100 078

Dosen Pembimbing
Dr. Widiyastuti, S.T., M.T.
NIP. 197503062002122002
Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M. Eng
NIP. 195209161980031002

JURUSAN TEKNIK KIMIA
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2015



FINAL PROJECT - TK 141581

EFFECT OF FUEL RATES ON ZnO SYNTHESIS USING FLAME SPRAY PYROLYSIS METHOD

Ridho Budi Insani
NRP 2310100 045
Himawan Ramadhan Auditiardy
NRP 2311100 078

Supervisor

Dr. Widiyastuti, S.T., M.T.
NIP. 197503062002122002
Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M. Eng
NIP. 195209161980031002

CHEMICAL ENGINEERING DEPARTMENT
Faculty of Industrial Technology
Sepuluh Nopember Institute of Technology
Surabaya
2015

LEMBAR PENGESAHAN

PENGARUH LAJU ALIR BAHAN BAKAR PADA SINTESIS ZnO DENGAN METODE *FLAME SPRAY* *PYROLYSIS*

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Sarjana Teknik Program Studi S-1
Jurusan Teknik Kimia Institut
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

RIDHO BUDI INSANI

2310100045

HIMAWAN RAMADHAN AUDITIARDY

2311100078

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir:

1. Dr. Widiyastuti, S.T., M.T.
(Pembimbing I)
2. Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng
(Pembimbing II)
3. Dr. Ir. Sumarno, M.Eng
(Penguji I)
4. Dr. Tantular Nurtono, S.T., M.Eng
(Penguji II)
5. Dr. Siti Machmudah, S.T., M.Eng
(Penguji III)


.....

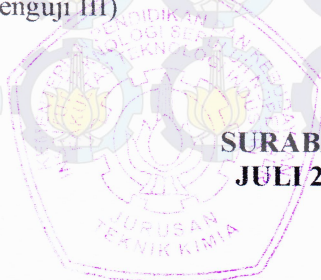
.....

.....

.....

.....

SURABAYA
JULI 2015



**PENGARUH LAJU ALIR BAHAN BAKAR PADA
SINTESIS ZnO DENGAN METODE *FLAME SPRAY*
*PYROLYSIS***

Nama : Ridho Budi Insani (2310100045)
H R Auditiardy (2311100078)
Jurusan : Teknik Kimia FTI-ITS
Pembimbing : Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M. Eng
Dr. Widiyastuti S.T., M.T.

Abstrak

Dewasa ini teknologi *nanoparticle* telah menjadi fokus utama pada banyak sektor industri seperti industri karet, kosmetik dan farmasi, tekstil, elektronik dan *electrotechnologies*, dan industri kimia. ZnO merupakan salah satu senyawa yang digunakan dalam pengaplikasian *nanoparticle* karena memiliki energi ikatan tinggi, stabil, tidak berbahaya, serta memiliki properti fisik yang menunjang dalam berbagai industri. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh laju alir bahan bakar terhadap ukuran dan morfologi ZnO yang dihasilkan pada proses *flame spray pyrolysis* (FSP). Sintesa ZnO dibuat dengan menggunakan prekursor larutan *Zinc Acetate Dihydrate* 0,1 M dan *Zinc Acetate Hexahydrate* 0,1 M. Variabel yang digunakan pada penelitian kali ini merupakan laju alir bahan bakar dengan laju alir 0.5, 0.75, dan 1 liter/per-menit dan udara sebagai gas pembawa dengan laju alir 10 liter/menit. Partikel ZnO yang dihasilkan melalui FSP dianalisis menggunakan SEM (*Scanning Electron Micrograph*) dan *software Image MIF* untuk analisis morfologi dan distribusi ukuran partikel dan XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk analisis kemurnian dan derajat kristal. Dari hasil didapatkan

bahwa laju alir bahan bakar pada proses *pyrolysis* mempengaruhi temperatur dan *residence time* dari proses sintesis, laju alir bahan bakar tidak mempengaruhi morfologi partikel, dan laju alir bahan bakar berbanding terbalik dengan ukuran partikel.

Kata kunci : ZnO, Zinc Asetat, Zinc Nitrat, *Flame Spray Pyrolysis*, laju alir bahan bakar

EFFECT OF FUEL RATES ON ZnO SYNTHESIS USING FLAME SPRAY PYROLISIS METHOD

Name : Ridho Budi Insani (2310100045)
H R Auditiardy (2311100078)
Department : Teknik Kimia FTI-ITS
Advisors : Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M. Eng
Dr. Widiyastuti S.T., M.T.

Abstract

Nowadays, nanoparticle technology has become the main focus on many industrial sectors. ZnO is a compound which is used on nanoparticle application because it had a high bonding energy, stable, harmless. This research aim is to know the effect of fuel rates to the size and morphology of ZnO which is obtained on flame spray pyrolysis (FSP) process. ZnO synthesis was made using precursor solution Zinc Acetate Dihydrate 0,1 M and Zinc Acetate Hexahydrate 0.1 M. Variables used in this study were rate from fuel which are 0.5, 0.75, and 1 liter/minute and air as a carrier gas with rate 10 liter/minute. ZnO particles which is obtained through FSP was then analyzed using Scanning Electron Micrograph (SEM) and Software Image MIF for morphology analysis and particle size distribution and also X-Ray Diffraction (XRD) for purity and crystal degree analysis. As a result, fuel rate is affecting synthesis temperature and residence time, fuel rate does not affect particle morphology, and fuel rate is inversely proportional with crystal size.

**Keyword: ZnO, Zinc Asetate, Zinc Nitrate, Flame Spray
Pyrolysis, Fuel Rate**

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT yang selalu melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga kami dapat menyelesaikan skripsi kami yang berjudul:

“PENGARUH LAJU ALIR BAHAN BAKAR PADA SINTESIS ZnO DENGAN METODE FLAME SPRAY PYROLYSIS”

Proposal Skripsi ini dibuat untuk memenuhi salah satu persyaratan. Program Studi Strata-1 (S-1) Jurusan Teknik Kimia, Fakultas teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya. Kami menyadari dalam penyusunan skripsi ini tidak akan selesai tanpa bantuan dari berbagai pihak. Oleh karena itu pada kesempatan ini kami ingin mengucapkan terima kasih kepada :

1. Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng. dosen pembimbing atas bimbingan, saran, dan motivasi yang diberikan,
2. Dr. Widiyastuti, S.T., M.T. selaku Dosen Pembimbing atas bimbingan, saran, dan motivasi yang diberikan,
3. Bapak Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M. Eng. selaku Kepala Laboratorium Mekanika Fluida dan Pencampuran, Jurusan Teknik Kimia FTI – ITS Surabaya,
4. Bapak Setiyo Gunawan, S.T., Ph.D. selaku Koordinator Tugas Akhir dan Skripsi Jurusan Teknik Kimia FTI - ITS Surabaya,
5. Bapak dan Ibu Dosen Jurusan Teknik Kimia FTI – ITS Surabaya yang telah memberikan ilmunya kepada kami,
6. Kedua orang tua kami yang sangat menyayangi kami, atas segala doa, semangat dan supportnya yang selalu mendampingi langkah kami,
7. Saudara-saudara kami, serta keluarga besar atas doa,

bimbingan, perhatian, dan kasih sayang yang selalu tercurah selama ini,

8. Rekan-rekan Laboratorium Mekanika Fluida dan Pencampuran atas semangat dan motivasinya,
9. Bang Farid Indra yang selalu membantu kami,
10. Seluruh civitas akademika Jurusan Teknik Kimia FTI-ITS yang telah memberikan dukungan moril kepada kami, serta keluarga besar Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS), khususnya keluarga K-50 dan K-51 atas semua dukungan, semangat, serta kerja samanya.
11. Teman-teman ITS EXPO yang telah memberikan dukungan moril berupa canda tawa
12. Alm. Abah Lili dan Pak Ali yang telah membantu menyelesaikan alat kami

Semoga proposal penelitian ini dapat menjadi langkah awal kami untuk berkarya untuk ITS dan Indonesia. Segala saran dan kritik akan sangat berguna dalam penyempurnaan skripsi ini.

Surabaya, 14 Juni 2015

Penyusun

DAFTAR ISI

Abstrak	i
Abstract	iii
KATA PENGANTAR.....	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	xi
BAB I PENDAHULUAN	1
I.1 Latar Belakang.....	1
I.2 Perumusan Masalah/Hipotesa	2
I.3 Tujuan Penelitian	2
I.4 Manfaat Penelitian	2
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	3
II.1 Teori Pembakaran.....	3
II.2 Flame Spray Pyrolysis	3
II.3 Flame Reactor.....	5
II.4 Premixed Flame.....	6
II.5 Karakteristik ZnO	6
II.6 Metode Pembentukan Partikel	7
II.7 Mekanisme Pembentukan Partikel	9
II.8 Metode Analisa.....	10
II.9 Penelitian Terdahulu.....	16
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	19
III.1 Bahan dan Peralatan Penelitian.....	19
III.2 Kondisi Operasi dan Variabel Penelitian	21
III.3 Prosedur Percobaan	22
III.4 Analisa.....	24
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	26
IV.1 Pengaruh Terhadap Temperatur.....	26
IV.2 Pengaruh Terhadap <i>Residence Time</i>	33
IV.3 <i>Aerosol Generator</i>	34
IV.4 Kristalinitas Partikel	34
IV.5 Morfologi Partikel	37
IV.6 Mekanisme Pembentukan Partikel.....	46
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	48

V.1	Kesimpulan.....	48
V.2	Saran.....	48
DAFTAR PUSTAKA		xv
LAMPIRAN		xix
APPENDIKS		xix

DAFTAR TABEL

Tabel	III.1 Matriks Analisa Variabel.....	24
Tabel	IV.1 Hasil Perhitungan Theoritical Flame Temperature.....	29
Tabel	IV.2 Hasil Analisa Ukuran Kristal.....	36
Tabel	IV.3 Data Simpangan Baku Ukuran Partikel	44

DAFTAR GAMBAR

Gambar II.1	Flame Spray Pyrolysis untuk Menghasilkan Nanoparticle	3
Gambar II.2	Skema Mekanisme Pembentukan Partikel FASP, FSP dan VAFS	9
Gambar II.3	Skema Peralatan Scanning Electromagnetic Microscope (SEM)	11
Gambar II.4	Skema Peralatan <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD).....	15
Gambar II.5	Grafik Baku ICSD ZnO, 01-074-9940	16
Gambar III.2	Kolom Unggun <i>Flame Spray Pyrolysis</i>	20
Gambar IV.1	Profil Distribusi Temperatur pada Pusat Reaktor	29
Gambar IV.5	Hasil Analisa XRD Prekursor <i>Zinc Nitrate</i>	35
Gambar IV.8	Morfologi Hasil Partikel Prekursor <i>Zinc Acetate</i> dengan Laju Alir Bahan Bakar 1 L/min	38
Gambar IV.10	Morfologi Hasil Partikel Prekursor <i>Zinc Nitrate</i> dengan Laju Alir Bahan Bakar 0.75 L/min	39
Gambar IV.11	Morfologi Hasil Partikel Prekursor <i>Zinc Nitrate</i> dengan Laju Alir Bahan Bakar 1 L/min	40
Gambar IV.12	Grafik Distribusi Partikel Prekursor <i>Zinc Acetate</i> dengan Laju Alir Bahan Bakar 0.5 L/min	41
Gambar IV.17	Grafik Distribusi Partikel Prekursor <i>Zinc Nitrate</i> dengan Laju Alir Bahan Bakar 1 L/min	43

BAB I

PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang

Perkembangan zaman menuntut sektor industri untuk berkembang dan berinovasi dalam menciptakan teknologi terbaru yang dapat diproduksi secara massal guna memenuhi kebutuhan dasar dan gaya hidup masyarakat. Salah satu bentuk perkembangan teknologi yang sedang pesat dewasa ini adalah munculnya teknologi *nanoparticle* yang mulai memasuki berbagai macam sektor industri seperti industri karet, kosmetik dan farmasi, tekstil, elektronik dan *electrotechnologies*, dan industri kimia.

Zinc Oxide (ZnO) merupakan salah satu komponen yang biasa dilibatkan dalam teknologi *nanoparticle* seperti pada proses *cross linking* dalam industri karet untuk menghasilkan *tensile strength*, *tear resistance*, *hardness*, dan *hysteresis* tertentu, memproduksi *polyester fibres* dan *antibacterial agent* pada industri tekstil (Nawaz et al., 2011). Kebutuhan tiap industri terhadap ZnO ini berbeda-beda sesuai dengan ukuran dan morfologi ZnO yang mempengaruhi sifat *properties* dari partikel ZnO (Kołodziejczak-Radzimska and Jesionowski, 2014)

Nanoparticle dapat diproduksi dengan berbagai macam metode seperti *gas condensation*, *plasma processing*, *laser ablation*, dan *gas phase reaction route*. *Gas phase reaction* merupakan metode yang paling sering digunakan karena memiliki produk dengan kemurnian tinggi, dan ukuran partikel yang homogen. *Flame spray pyrolysis* merupakan salah satu metode yang tergolong dalam *gas phase reaction*, FSP memiliki kelebihan kemudahan dalam prosesnya serta kapasitasnya yang besar dalam memproduksi *nanoparticle*, hingga 100 g h⁻¹ (Thiébaud, 2011). Pada FSP, temperatur reactor merupakan variabel penting yang menentukan *properties* dari produk. Temperatur ini dipengaruhi oleh *rate fuel* dan *oxidizer*, oleh

karena itu perlu adanya penelitian tentang pengaruh *rate fuel* dan *oxidizer* terhadap produk yang dihasilkan.

I.2 Perumusan Masalah/Hipotesa

Dari uraian latar belakang tersebut, maka dapat dirumuskan permasalahan yang akan diselesaikan pada penelitian kali ini adalah untuk mengetahui pengaruh *rate fuel* dan *oxidizer* dalam proses sintesis ZnO dengan metode *flame spray pyrolysis* terhadap bentuk dan ukuran dari produk ZnO yang dihasilkan. Berdasar penelitian sebelumnya, didapatkan bahwa meningkatnya *rate fuel* akan meningkatkan temperatur reactor dan menyebabkan mengecilnya ukuran partikel (Solero et al., 2009).

I.3 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian sintesis partikel ZnO ini adalah untuk mensintesis partikel *Zinc Oxide* dengan prekursor *Zinc Acetate* dan *Zinc Nitrate* dan menganalisis pengaruh kondisi *rate fuel* dan *oxidizer* terhadap morfologi dan ukuran partikel ZnO.

I.4 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diharapkan dari penelitian sintesis partikel ZnO adalah untuk :

1. Mengetahui *rate fuel* optimum yang dapat digunakan pada industri dalam pembuatan partikel ZnO sesuai dengan ukuran dan morfologi yang diharapkan.
2. Memberikan informasi mengenai hubungan *rate fuel* terhadap ukuran dan morfologi partikel ZnO sebagai bahan referensi dan informasi bagi penulis selanjutnya yang tertarik untuk mengkaji dan meneliti tentang *scale up* metode *flame spray pyrolysis* untuk mensintesis partikel ZnO pada industri.

BAB II

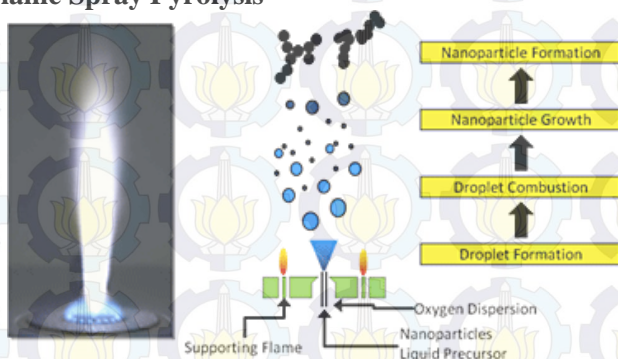
TINJAUAN PUSTAKA

II.1 Teori Pembakaran

Secara umum, pembakaran dapat didefinisikan sebagai proses atau reaksi oksidasi yang sangat cepat antara bahan bakar (*fuel*) dan oksidator dengan menimbulkan panas atau nyala dan panas. Bahan bakar (*fuel*) merupakan segala substansi yang melepaskan panas ketika dioksidasi dan secara umum mengandung unsur-unsur karbon (C), hidrogen (H), oksigen (O), nitrogen (N), dan sulfur (S). Sementara oksidator merupakan segala substansi yang mengandung oksigen (misalnya udara) yang akan direaksikan atau bereaksi dengan bahan bakar.

Dalam proses pembakaran, fenomena-fenomena yang terjadi antara lain interaksi proses-proses kimia dan fisika, pelepasan panas yang berasal dari energi ikatan-ikatan kimia, proses perpindahan panas, proses perpindahan massa, dan pergerakan fluida (Taufiq, 2008).

II.2 Flame Spray Pyrolysis



Gambar II.1 Flame Spray Pyrolysis untuk Menghasilkan Nanoparticle

Metode *flame spray pyrolysis* merupakan salah satu metode sintesis partikel melalui proses aerosol. Aerosol adalah partikel kecil (solid atau liquid) yang tersuspensi di dalam gas. Pembakaran prekursor pada FSP untuk mensintesis material *nanostructural* sangatlah menjanjikan karena waktu prosesnya yang cepat dan dapat di *scale-up* pada kapasitas industri (Teoh, Amal, and Mädler, 2010).

Diantara proses fase gas yang lain, sintesis material menggunakan *flame* tidak membutuhkan tambahan sumber energi untuk mengkonversi prekursor seperti halnya plasma, laser atau *electric heated walls* sehingga inverstasi lebih rendah dan dapat di-*scale up*. Energi proses *flame* untuk membentuk partikel dihasilkan dari reaksi kimia. Kemudian, energi yang dilepaskan dipindahkan dengan cepat melalui radiasi dan konveksi yang mana sangat penting untuk sintesis partikel nano (Strobel, 2007).

Suhu di dalam *flame reactor* lebih rendah dari *plasma reactor* namun lebih tinggi dari *hot – wall, evaporation – condensation*, dan *laser reactor*. *Flame reactor* relatif mudah konstruksinya dibandingkan dengan sistem yang lain.

Ada dua macam tipe *flame reactor*. Difusi dan *premixed*. Dalam *flame difussion*, reaktan tidak berkontak satu dengan yang lain sampai keluar *burner* yang terletak di dalam reaktor. Difusi ini menghasilkan nyala pada daerah dimana *fuel* dan oksigen atau udara kontak satu sama lain. Dalam *premixed flame*, *fuel* dan sumber oksigen (udara misalkan) bercampur lebih dulu. Setelah keluar *burner* keduanya terbakar. Tipe *flame* ini cukup berbahaya karena *fuel* dan sumber oksigen bersatu dalam satu *line* menuju *burner*.

Keuntungan dari reaktor *flame* adalah :

- Oksida – oksida sederhana dengan mudah dapat dihasilkan dalam waktu yang pendek (dalam beberapa detik)

- Sistem sederhana dan relatif tidak mahal untuk dibuat dan dioperasikan
- Dapat digunakan pada prekursor yang *volatile* atau tidak *volatile*
- Kemurnian tinggi
- *Range* ukuran partikel yang dapat dibuat besar

Kerugian dari reaktor flame adalah :

- Pembentukan *agglomerate* pada banyak kondisi
- Distribusi ukuran partikel yang besar
- Profil aliran dan temperatur yang tidak seragam
- Sulit digunakan untuk menghasilkan banyak material terutama yang mudah teroksidasi seperti golongan nitrit, borit dll
- Properties partikel dipengaruhi dengan signifikan oleh pencampuran dari prekursor

(Gurav et al., 1993)

II.3 Flame Reactor

Flame Reactor merupakan suatu reaktor pembakaran menggunakan api yang melibatkan reaksi fase gas dari sebuah precursor yang diinjeksikan ke dalam suatu pembakaran baik itu pembakaran secara difusi maupun *premixed flame*. Pembentukan partikel di dalam suatu reaktor pembakaran dengan menggunakan *flame* atau api mengikuti konversi dari pembentukan gas menjadi partikel. Konversi gas menjadi partikel tersebut bergantung pada produksi dari sebuah atom maupun molekul dalam fase gas. Proses pembentukan partikel ini bergantung pada kinetika reaksi, termodinamika, desain reaktor, dan kondisi operasi. Produk dari

proses ini (baik berupa atom maupun molekul) dapat membentuk sebuah partikel baik melalui cara tumbukan secara acak, maupun secara evaporasi dan kondensasi yang dikendalikan (Gurav et al., 1993).

II.4 Premixed Flame

Premixed flame adalah api dimana pengoksidasinya telah dicampur dengan *fuel* sebelum mencapai *flame front*. Akhirnya timbulah *flame front* yang tipis saat seluruh reaktan telah tersedia. Jika kaya akan campuran, *diffusion flame* akan lebih sering ditemukan di bawah.

Jika aliran campuran *fuel-oxidizer* laminar, maka kecepatan *premixed flame* akan lebih utama secara kimiawi. Jika *flowrate* lebih rendah dari kecepatan api, api akan bergerak secara *upstream* hingga *fuel* telah terkonsumsi atau ketika telah mencapai *flame holder*. Jika *flow rate* sama dengan kecepatan api, maka kita akan mendapati *stationary flat flame* sesuai arah aliran. Jika *flow rate* lebih tinggi dari kecepatan api, *flame front* akan mengerucut sehingga komponen vektor kecepatan *flame front* nantinya sama dengan kecepatan api. Hasilnya, *flame front* pada kebanyakan api di kehidupan sehari-hari biasanya mengerucut.

II.5 Karakteristik ZnO

Zinc oxide merupakan senyawa *anorganic* dengan rumus molekul ZnO, berbentuk serbuk putih, tidak larut dalam air, dan secara luas digunakan sebagai zat adiktif pada kebanyakan material dan produk seperti plastik, keramik, kaca, semen, pelumas dan baterai. ZnO adalah material semikonduktor yang menghasilkan luminisens biru sampai hijau-kuning yang cukup efisien. Sifat ini menjadikan ZnO sebagai material yang sangat potensial bagi pengembangan sumber cahaya putih (*white light sources*). Sebagai bahan semikonduktor, ZnO memiliki potensi sebagai bahan *photoluminescent* yang setara dengan *Gallium Nitride* (GaN) untuk digunakan dalam aplikasi seperti *Light Emitting Diode* (LED) dan sensor elektroda transparan. Juga

merupakan bahan yang efisien untuk fosfor tegangan rendah (Abdullah et al., 2001).

Serbuk ZnO dapat disintesis dengan metode reaksi pada kondisi solid (solid-state reaction) dan metode larutan-cair (liquid solution). Reaksi pada kondisi padat dilakukan pada temperatur tinggi memiliki keuntungan antara lain ZnO yang dihasilkan memiliki kemurnian dan kristalinitas yang baik. Tetapi ZnO yang disintesis dengan metode reaksi pada kondisi padat menghasilkan partikel dengan ukuran besar dan morfologi tidak teratur. Oleh karena itu, metode larutan-cair seperti sol-gel, hydrothermal, mikroemulsi, dan presipitasi telah diaplikasikan untuk membuat serbuk ZnO berukuran nanometer. Keuntungan dari metode ini adalah pengaturan morfologi serta ukuran serbuk ZnO yang cukup baik. Tetapi metode ini memiliki kelemahan yaitu produk yang dihasilkan mengandung kontaminan, kristalinitas yang rendah dan proses yang lama sehingga produk yang dihasilkan kurang memenuhi syarat apabila diaplikasikan di bidang teknologi. (Ningtyas, 2010)

Saat ini permintaan akan produk ZnO dengan performa tinggi sangat berkaitan dengan kontrol yang sangat presisi dari *properties* partikel ZnO untuk pengaplikasian bernilai tinggi seperti elektroda pada sel surya (Rensmo et al. 1997), dan *photocatalysts* (Koch, Fojtik, and Weller, 1985). Banyak faktor operasi yang mempengaruhi *properties* dari produk ZnO, seperti peningkatan *rate* prekursor yang mempengaruhi level ketinggian dari api, sehingga tingkat peleburan dan/atau laju pertumbuhan *surface* meningkat dan menghasilkan membesarnya partikel utama (Tani, Lutz, Pratsinis, & Mädler, 2002). Oleh sebab itu, sudah banyak upaya yang dilakukan untuk mengendalikan *properties* partikel ZnO secara presisi dengan memodifikasi berbagai kondisi operasi dari proses manufaktur partikel ZnO.

II.6 Metode Pembentukan Partikel

Pada saat ini, banyak kelompok peneliti yang memiliki fokus kepada cara untuk meningkatkan kinerjanya, seperti metode solid-state, metode sol-gel, proses gelombang mikro,

sintesis hidrotermal, metode reduksi carbothermal dan teknologi ultrasonic spray pyrolysis. Metode solid-state adalah metode konvensional untuk mempersiapkan silika. Metode ini sederhana dan mudah untuk industrialisasi. Namun, produknya memiliki partikel yang tidak seragam, bentuk non-kristalin dan membutuhkan waktu sintesis yang cukup lama. Prosedur yang panjang dan kompleks memerlukan proses penggilingan dan kalsinasi secara berulang, dimana akan membentuk partikel yang lebih besar dengan kinerja elektrokimia rendah.

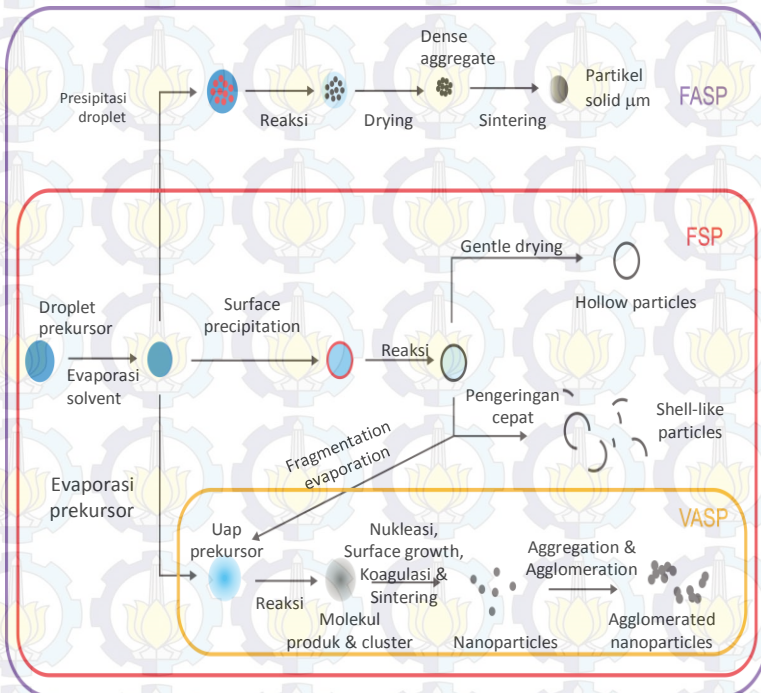
Metode sol-gel adalah metode yang memiliki kelebihan dalam mengendalikan sifat material selama tahap awal dari produksi serbuk, yaitu dengan mencampur secara homogen bahan-bahan awal pada tingkat atom atau molekul. Sol adalah dispersi dari partikel koloid dalam cairan, sedangkan gel merupakan jaringan yang kaku dengan pori-pori berdimensi sub-mikrometer dan panjang rata-rata rantai polimer berukuran mikrometer. Selain itu, proses reaksi lebih mudah untuk dikontrol, membutuhkan suhu yang rendah dan peralatan yang sederhana. Namun, sulit untuk diproduksi dalam skala pabrik.

Proses gelombang mikro yaitu *microwave receiver* melalui penyerapan energi elektromagnetik untuk mencapai proses pemanasan sendiri. Karena materi secara langsung dapat menyerap energi gelombang mikro, jadi proses pemanasan dapat dicapai dengan sangat cepat dan seragam. Oleh karena itu, proses pemanasan keseluruhan jauh lebih cepat daripada pemanasan dengan tungku. Prinsip dasar prinsip gelombang mikro adalah dengan menggunakan karbon aktif sebagai penerima gelombang mikro yang dapat memanaskan precursor secara cepat dan dapat menciptakan atmosfer reduktif untuk mencegah oksidasi besi (II), sehingga tidak perlu gas reduktif atau perlindungan gas inert. Selain itu, karbon aktif sangat murah dan dapat direproduksi, sehingga proses ini sangat ekonomis.

Metode *Flame Spray Pyrolysis* adalah teknik yang sangat efektif untuk menghasilkan partikel halus dengan fase kristal yang murni dalam waktu singkat. Dibandingkan dengan partikel yang diproduksi secara konvensional dengan metode solid-state,

distribusi ukuran partikel yang sempit dan dapat dikontrol pada rentang *submicrometer* sampai *micrometer*, kemurnian produk yang tinggi dan proses sintesis serbuk yang mudah untuk dikontrol.

II.7 Mekanisme Pembentukan Partikel



Gambar II.2 Skema Mekanisme Pembentukan Partikel FASP, FSP dan VASP

(Strobel, 2007)

Pada prekursor solid, mekanisme yang terjadi berbeda. Ada tiga kemungkinan dalam pembentukan partikel menggunakan partikel *submicron-micron* sebagai prekursor, yaitu : nanopartikel, nanopartikel dan partikel dengan ukuran mengecil dan partikel yang relatif tidak berubah ukurannya.

Nanopartikel dimulai dari menguapnya prekursor solid untuk menghasilkan uap atau monomer–monomer (molekul–molekul). Partikel terbentuk disebabkan oleh nukleasi dari uap ketika supersaturation terjadi baik oleh peningkatan konsentrasi uap atau karena penurunan suhu. Partikel pertama yang terbentuk oleh proses nukleasi disebut *cluster–cluster*. *Cluster–cluster* ini selanjutnya tumbuh melalui koagulasi dengan *cluster* atau partikel lainnya dan kondensasi dengan monomer.

Adakalanya *supersaturation* terjadi ketika evaporasi dari prekursor partikel tidak sempurna, menghasilkan ukuran bimodal. Terdiri dari partikel *submicron–micron* dengan ukuran lebih kecil dari ukuran awal dan nanopartikel yang timbul dari sintesis partikel fase gas. Ukuran partikel yang relatif tidak berubah terjadi ketika partikel awal tidak mengalami evaporasi. Hal ini disebabkan karena temperatur cukup rendah untuk menginisiasi terjadinya evaporasi (Widiyastuti et al., 2009).

II.8 Metode Analisa

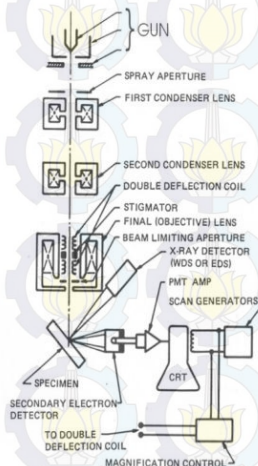
II.8.1 *Scanning Elecromagnetic Microscope (SEM)*

Sebuah *Scanning Elecromagnetic Microscope (SEM)* adalah jenis mikroskop elektron yang menghasilkan gambar sampel dengan memindai dengan sinar terfokus elektron. Elektron berinteraksi dengan atom dalam sampel, memproduksi berbagai sinyal yang dapat dideteksi dan yang berisi informasi tentang sampel permukaan topografi dan komposisi. Berkas elektron umumnya dipindai dalam raster memindai pola, dan posisi balok dikombinasikan dengan sinyal terdeteksi untuk menghasilkan gambar. SEM dapat mencapai resolusi lebih baik dari 1 nanometer. Spesimen dapat diamati dalam vakum tinggi, di vakum rendah, dan dalam kondisi basah

SEM menggunakan sinar terfokus elektron berenergi tinggi untuk menghasilkan berbagai sinyal pada permukaan spesimen padat. Sinyal yang berasal dari elektron berinteraksi dengan sampel dan memberikan informasi tentang sampel termasuk morfologi eksternal (tekstur), komposisi kimia, dan struktur kristal serta orientasi dari bahan yang membentuk

sampel. Pada kebanyakan aplikasi, data yang dikumpulkan dalam area yang dipilih dari permukaan sampel, dan gambar 2 dimensi yang dihasilkan menampilkan variasi spasial di properti ini. SEM juga mampu melakukan analisis lokasi titik yang dipilih pada sampel.

Komponen penting dari semua SEM adalah sebagai berikut: sumber elektron, dlensa elektron, sampel tahap, Detektor untuk semua sinyal bunga, perangkat output *display/data*. Persyaratan infrastrukturnya adalah *power supply*, system vakum, sistem pendingin, *vibration-free floor*, ruangan bebas dari medan magnet dan listrik ambien



Gambar II.3 Skema Peralatan Scanning Electromagnetic Microscope (SEM)

(Zaman & Kharisma, 2014)

Elektron dipercepat dalam SEM membawa sejumlah besar energi kinetik, dan energi ini hilang saat berbagai sinyal dihasilkan oleh interaksi elektron sampel. Sinyal ini meliputi elektron sekunder yang menghasilkan gambar SEM, *Back Scattered Electron* (BSE), *Electron Back Scattered Diffraction* (EBSD) yang digunakan untuk menentukan struktur kristal dan

orientasi mineral, foton (karakteristik sinar-X) yang digunakan untuk analisis unsur dan kontinum X-ray, cahaya tampak (cathodoluminescence-CL), dan panas. Elektron sekunder dan BSE biasanya digunakan untuk sampel pencitraan, elektron sekunder berfungsi untuk menunjukkan morfologi dan topografi pada sampel. BSE berfungsi untuk menggambarkan kontras dalam komposisi sampel multifasa. X-ray generasi diproduksi oleh tumbukan *inelastic* dari elektron dengan elektron dalam insiden orbitals diskrit (*shell*) dari atom dalam sampel. Analisa SEM dianggap non-destruktif yaitu sinar-X yang dihasilkan oleh interaksi elektron tidak menyebabkan hilangnya volume sampel, sehingga memungkinkan untuk menganalisis bahan yang sama berulang kali.

Kelengkapan SEM adalah tidak bisa dibayangkan tidak ada instrumen lain dengan luasnya aplikasi dalam studi bahan padat yang membandingkan dengan SEM. SEM sangat penting dalam semua bidang yang membutuhkan karakterisasi bahan padat. Kebanyakan SEM adalah relatif mudah dioperasikan, dengan *user-friendly* "intuitif" antarmuka. Banyak aplikasi memerlukan persiapan sampel minimal. Untuk banyak aplikasi, akuisisi data cepat (kurang dari 5 menit / gambar untuk SEI, BSE, tempat EDS analisis.) SEM modern menghasilkan data dalam format digital, yang sangat portabel.

Kekurangan SEM adalah sampel harus solid dan mereka harus masuk ke dalam ruang mikroskop. Ukuran maksimum dalam dimensi horizontal biasanya di urutan 10 cm, dimensi vertikal umumnya jauh lebih terbatas dan jarang melebihi 40 mm. Untuk kebanyakan instrumen sampel harus stabil dalam ruang hampa pada urutan 10^{-5} - 10^{-6} torr. Sampel cenderung *outgas* pada tekanan rendah (batuan jenuh dengan hidrokarbon, "basah" sampel seperti batu bara, bahan organik atau pembengkakan tanah liat, dan sampel cenderung membakar sampai pecah pada tekanan rendah) tidak cocok untuk pemeriksaan konvensional SEM. Namun, "vakum rendah" dan "lingkungan" SEM juga ada, dan banyak jenis sampel dapat berhasil diperiksa dalam instrumen khusus. EDS detektor pada

SEM tidak dapat mendeteksi unsur-unsur sangat ringan (H, He, dan Li), dan masih banyak instrumen tidak dapat mendeteksi unsur dengan nomor atom kurang dari 11 (Na). Kebanyakan SEM menggunakan keadaan detektor X-Ray padat (EDS), dan sementara detektor ini mudah untuk memanfaatkan sangat cepat dan, mereka memiliki resolusi energi yang relatif miskin dan kepekaan terhadap elemen hadir dalam kelimpahan rendah bila dibandingkan dengan panjang gelombang dispersif detektor X-Ray (WDS) pada kebanyakan probe elektron *microanalyzers* (EPMA). Sebuah lapisan konduktif elektrik harus diterapkan untuk isolasi elektrik sampel untuk studi di konvensional SEM, kecuali instrumen yang mampu beroperasi dalam mode vakum rendah (Zaman, 2014).

Kelabihan SEM antara lain:

- Kuat dan cepat (<20 menit) teknik untuk identifikasi mineral yang tidak diketahui
- Dalam kebanyakan kasus, ia menyediakan penentuan mineral ambigu
- Persiapan sampel minimal yang diperlukan
- Unit XRD tersedia secara luas
- Interpretasi data adalah relatif lurus ke depan

Kekurangan SEM antara lain :

- Bahan fase homogen dan tunggal yang terbaik untuk identifikasi yang tidak diketahui
- Harus memiliki akses ke file referensi standar senyawa anorganik (d-jarak, hkt s)
- Membutuhkan persepuluh gram bahan yang harus ditumbuk menjadi bubuk
- Untuk bahan campuran, batas deteksi adalah ~ 2% dari sampel
- Untuk penentuan sel satuan, pengindeksan pola sistem kristal non-isometrik rumit
- Overlay puncak mungkin terjadi dan memburuk untuk 'refleksi' angle tinggi

II.8.2 X-Ray Diffraction (XRD)

X-Ray Diffraction adalah teknik analisis yang cepat terutama digunakan untuk identifikasi fase dari bahan kristal dan dapat memberikan informasi tentang dimensi sel satuan.

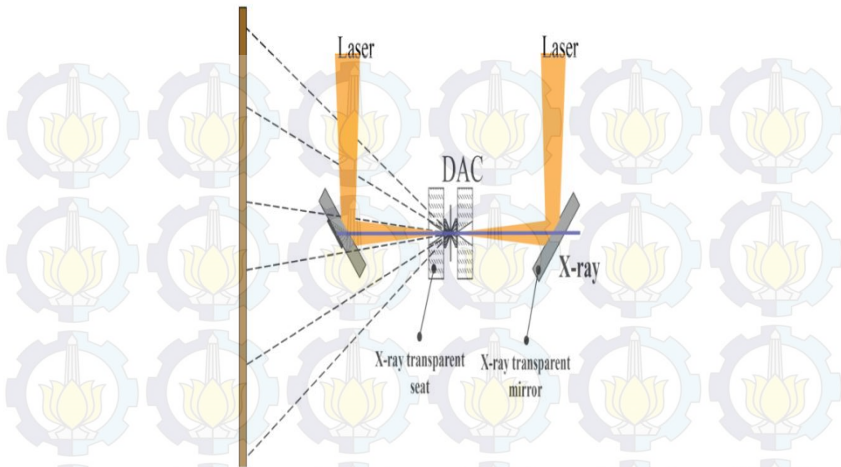
Alat X-Ray difraktometer ini terdiri dari tiga elemen dasar: sebuah tabung sinar-X, pemegang sampel, dan detektor sinar-X. Sinar-X dihasilkan dalam tabung sinar katoda dengan memanaskan filamen untuk menghasilkan elektron, mempercepat elektron menuju target dengan menerapkan tegangan dan menembak bahan target dengan elektron. Ketika elektron memiliki energi yang cukup untuk mengeluarkan *electron shell* dalam diri bahan target, karakteristik spectrum sinar-X dihasilkan. Spektrum ini terdiri dari beberapa komponen $K\alpha$ yang paling umum dan $K\beta$. $K\alpha$ terdiri dari $K\alpha_1$ dan $K\alpha_2$. $K\alpha_1$ memiliki panjang gelombang lebih pendek dan dua kali intensitas sebagai $K\alpha_2$.

Aplikasi lain meliputi:

- karakterisasi bahan kristal
- identifikasi mineral fine-grained seperti tanah liat dan lapisan lempung campuran yang sulit untuk menentukan optik
- penentuan dimensi sel satuan
- pengukuran kemurnian sampel

Dengan teknik khusus, XRD dapat digunakan untuk:

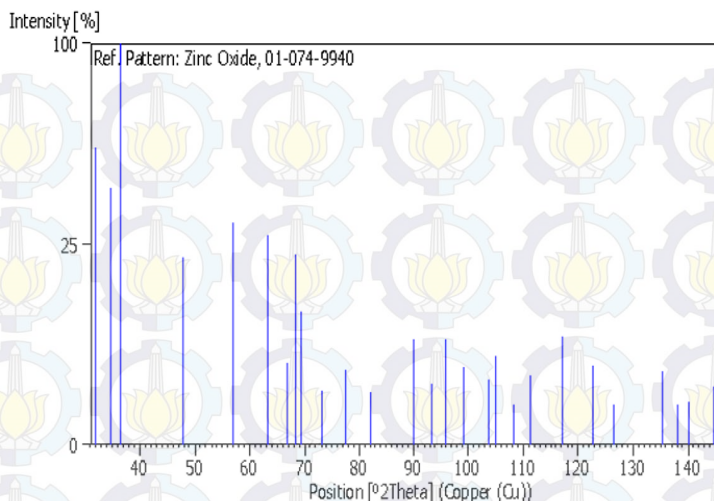
- menentukan struktur kristal dengan menggunakan Rietveld refinement
- menentukan jumlah modal mineral (analisis kuantitatif)
- membuat pengukuran tekstur, seperti orientasi butir, dalam sampel polikristalin.



Gambar II.4 Skema Peralatan X-Ray Diffraction(XRD)
(Zaman & Kharisma, 2014)

Hasil yang didapatkan dari analisis XRD berupa grafik hubungan antara intensitas dan sudut fase (2θ) pada sudut fase tertentu. Hasil ini kemudian disesuaikan dengan grafik baku masing-masing komponen dari data jcpds atau ICSD untuk mengetahui komposisi kristal. Dari grafik hasil XRD dapat dihitung diameter kristal yang terbentuk menggunakan *Sherrer's equation*:

$$d_{crystal} = \frac{K \lambda}{\beta \cos \theta}$$

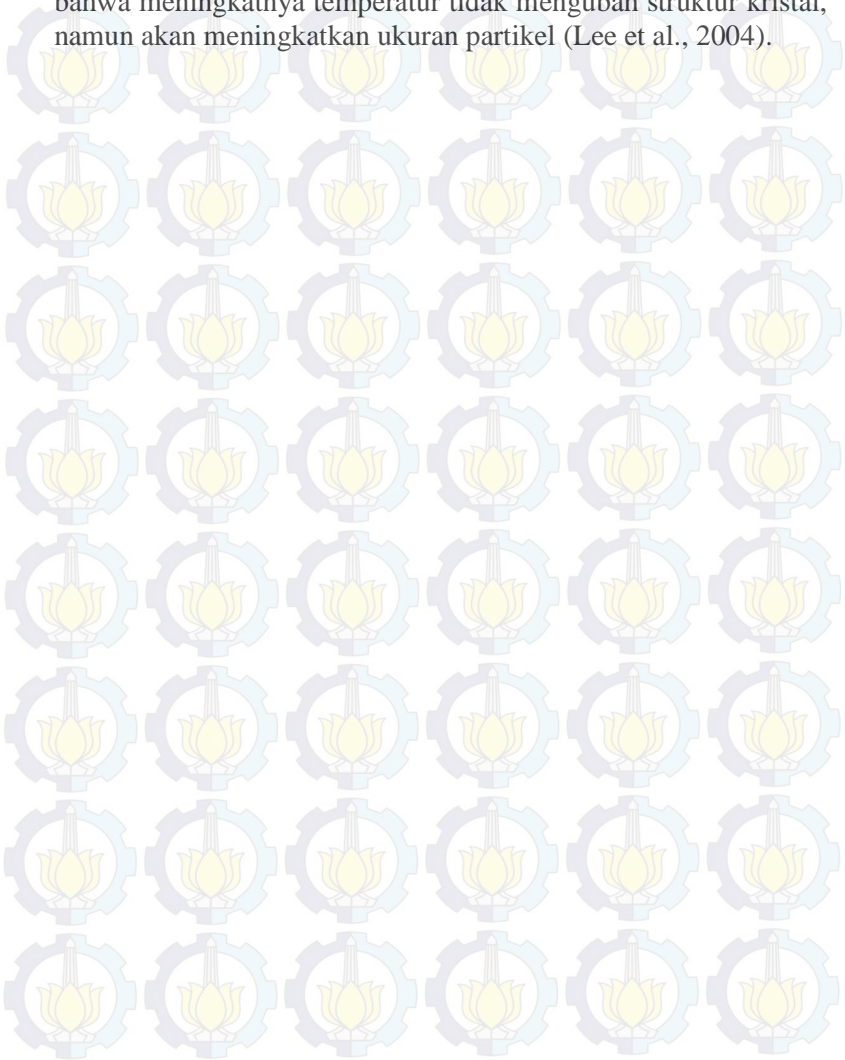


Gambar II.5 Grafik Baku ICSD ZnO, 01-074-9940

II.9 Penelitian Terdahulu

Pada penelitian sebelumnya, pertama kali penelitian tentang sintesa partikel ZnO menggunakan spray pyrolysis dilakukan oleh Sun, pada penelitian ini digunakan metode *pyrolysis* terhadap aerosol dan didapatkan hasil berupa partikel ZnO yang murni (Sun et al., 2004). Sebagai prekursor digunakan $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dengan pertimbangan kelarutannya yang tinggi dan senyawa ini terdekomposisi pada suhu yang rendah. Pada analisis grafik DTA dan TG memperlihatkan bahwa kadar air pada proses kristalisasi hilang dibawah suhu 200°C dan zinc asetat anhidrat terbentuk pada suhu $210\text{-}250^\circ\text{C}$. Zinc asetat anhidrat ini terdekomposisi menjadi ZnO dan senyawa organik dengan cara reaksi endotermis dan eksotermis. Proses dekomposisi ini selesai pada suhu 400°C . ZnO terbentuk melalui sintesa dengan metode *pyrolysis* aerosol dengan kandungan partikel dengan ukuran antara 20-30 nm (Kołodziejczak-Radzimska and Jesionowski, 2014). Pada percobaan yang lain,

didapatkan hubungan antara temperatur sintesis terhadap ukuran dan bentuk partikel ZnS. Dari penelitian tersebut didapatkan bahwa meningkatnya temperatur tidak mengubah struktur kristal, namun akan meningkatkan ukuran partikel (Lee et al., 2004).



BAB III

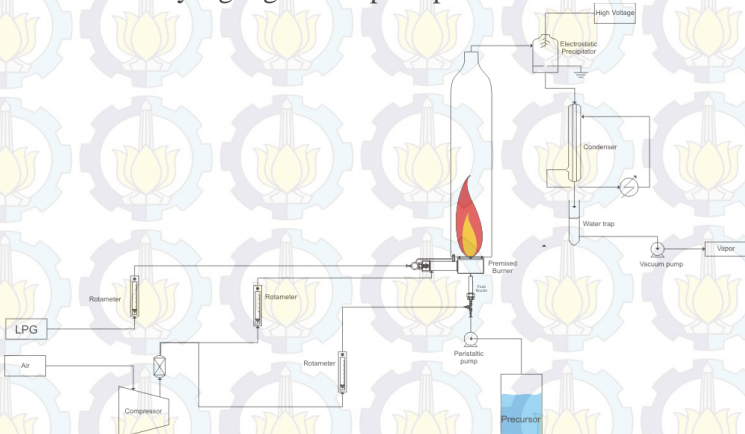
METODOLOGI PENELITIAN

III.1 Bahan dan Peralatan Penelitian

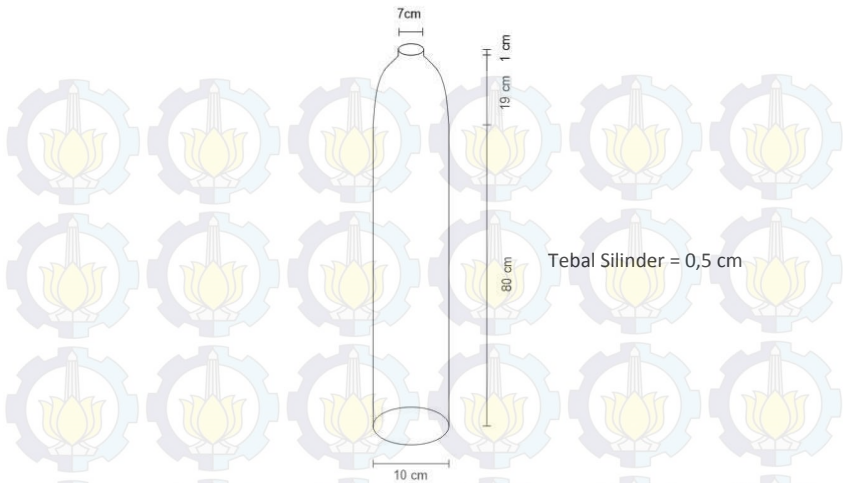
Bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain:

1. Kristal $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ p.a. E. Merck KGaA, 64271 Darmstadt, Germany 99.5%
2. Kristal $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ p.a. E. Merck KGaA, 64271 Darmstadt, Germany 98.5%
3. Air destilasi
4. Udara bertekanan 2 kg/cm^2
5. Gas LPG Pertamina (propana 50% dan butana 50%)

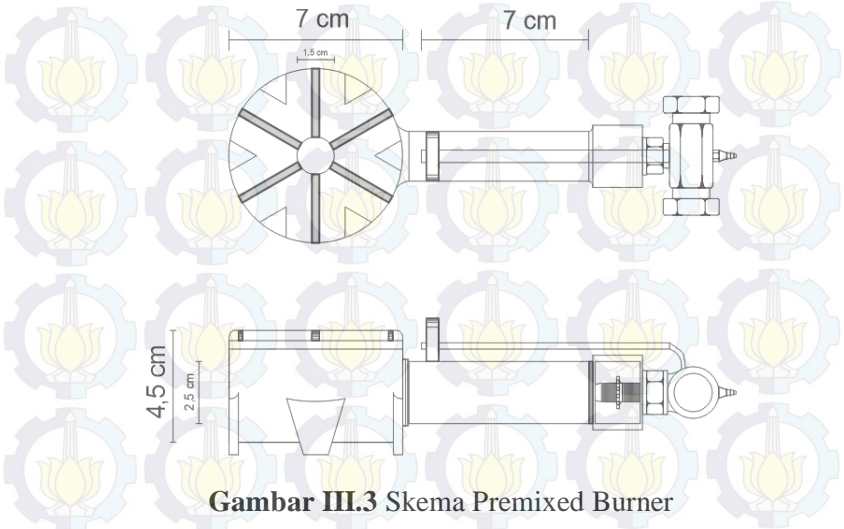
Peralatan yang digunakan pada penelitian ini antara lain:



Gambar III.1 Peralatan *Flame Spray Pyrolysis*



Gambar III.2 Kolom Unggun *Flame Spray Pyrolysis*



Gambar III.3 Skema Premixed Burner

Peralatan yang digunakan dalam *flame spray pyrolysis* antara lain:

1. *Burner*, berfungsi sebagai sumber panas. *Burner* yang digunakan merupakan jenis *premixed burner* sehingga didapatkan distribusi panas yang merata.
2. *Fluid nozzle (homemade)*, berfungsi sebagai penghasil droplet larutan yang akan di-*spray* pada zona pembakaran.
3. *Peristaltic Pump* (Eyela, MP-3N), berfungsi sebagai mendorong larutan prekursor menuju *fluid nozzle*
4. *Ultrasonic Nebulizer* (Omron, NE-U17), berfungsi sebagai penghasil droplet larutan yang akan di-*spray* pada zona pembakaran.
5. *Flowmeter*, berfungsi sebagai pengukur laju aliran *fuel*, *oxidizer*, dan gas pembawa.
6. *Electrostatic precipitator (homemade)*, berfungsi menangkap partikel yang dihasilkan pada proses pembakaran.
7. *Watertrap (homemade)*, berfungsi untuk menangkap kondensat dan menangkap partikel yang masih lolos dari EP.
8. *Vacuum pump* (Krisbow, KW 19-534, 1/2 HP), berfungsi untuk menarik gas hasil proses pembakaran.
9. *Air compressor* (Hitachi, 0.75OU-8.5S, USA), berfungsi untuk menghasilkan udara dengan tekanan tinggi sebagai gas pembawa precursor.

III.2 Kondisi Operasi dan Variabel Penelitian

Kondisi operasi yang digunakan pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Pelarutan $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0.1 M dengan air yang disertai dengan pengadukan pada temperatur kamar.

2. Pelarutan $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 0.1 M dengan air yang disertai dengan pengadukan pada temperatur kamar.
3. Temperatur pembakaran dengan mengatur laju alir udara dan LPG.
4. *Gas carrier* dengan laju 10 liter/menit.
5. Prekursor dengan laju 2 mL/menit
6. Tekanan operasi 1 atm.
7. Temperatur *electrostatic precipitator* 120 °C
8. Temperatur air pendingin pada kondensor 20 °C

Variabel penelitian yang digunakan pada penelitian ini adalah *rate fuel* dalam proses *flame spray pyrolysis*, yakni 0.5 ; 0.75 ; 1 liter/menit.

III.3 Prosedur Percobaan

Prosedur penelitian ini terbagi menjadi dua tahap, yaitu pembuatan larutan prekursor dan tahap pembentukan partikel.

III.3.1 Pembuatan Larutan Prekursor

Prekursor *zinc acetate* 0.1 M disiapkan dengan melarutkan 2,195 gram $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dalam 100 mL air disertai dengan pengadukan dalam temperatur kamar. Sedangkan precursor *zinc nitrate* 0.1 M disiapkan dengan melarutkan 2,614 gram $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dalam 100 mL air disertai dengan pengadukan dalam temperatur kamar.

III.3.2 Pembentukan Partikel

Pembentukan partikel pada penelitian ini dilakukan dengan dua kondisi berdasar jenis *aerosol generator* yang digunakan, yakni *fluid nozzle* dan *ultrasonic nebulizer*. Tahapan pembentukan partikel jika menggunakan *fluid nozzle* adalah sebagai berikut:

1. Memasukkan prekursor pada wadah yang kemudian diaduk dengan menggunakan *stirrer*
2. Menghubungkan prekursor dengan *peristaltic pump* yang kemudian dihubungkan dengan fluid nozzle
3. Mengatur *rate fuel* dan *rate oxidizer* sesuai dengan variabel pertama
4. Menyalakan *burner*, dan kompresor udara
5. Mengatur *rate peristaltic pump* pada 2 mL/menit
6. Mengatur *rate* udara pembawa pada 10 liter/menit
7. Menyalakan *vacuum pump*, kondensor, dan *electrostatic precipitator*
8. Menunggu hingga seluruh prekursor habis
9. Mengulangi langkah 2-6 sesuai dengan variabel *rate fuel* berikutnya
10. Mengulangi langkah 1-7 dengan menggunakan precursor *zinc nitrate hexahydrate*

Sedangkan jika menggunakan *ultrasonic nebulizer* tahapan pembentukan partikel adalah sebagai berikut:

1. Memasukkan 20 mL prekursor pada *medication cap nebulizer*
2. Menghubungkan *nebulizer* dengan burner
3. Mengatur *rate fuel* dan *rate oxidizer* sesuai dengan variabel pertama
4. Menyalakan *burner*, dan kompresor udara
5. Menyalakan *nebulizer* dengan pengaturan waktu 30 menit
6. Mengatur *rate* udara pembawa pada 2 liter/menit
7. Menyalakan *vacuum pump*, kondensor, dan *electrostatic precipitator*
8. Menunggu hingga *nebulizer* mati secara otomatis
9. Mengulangi langkah 2-6 sesuai dengan variabel *rate fuel* berikutnya

10. Mengulangi langkah 1-7 dengan menggunakan precursor *zinc nitrate hexahydrate*

III.4 Analisa

Partikel yang dihasilkan melalui *flame spray pyrolysis* dapat diamati menggunakan SEM (*Transmission Electron Microscopy*) dan *software Image MIF* untuk analisis morfologi dan distribusi ukuran partikel dan XRD (*X-Ray Diffraction*) untuk analisis kemurnian dan derajat kristal.

Dalam penelitian ini didapatkan beberapa variabel yang dapat dibandingkan yakni:

1. Laju alir bahan bakar
2. Jenis prekursor

Berdasar variabel percobaan yang telah dilakukan, maka didapatkan hasil analisa dari penelitian ini yaitu:

1. Kristalinitas partikel
2. Morfologi partikel
3. Distribusi ukuran partikel

Dari variabel yang sudah ditentukan, maka didapatkan matriks analisa seperti pada Tabel III.1

Tabel III.1 Matriks Analisa Variabel

Laju Alir Bahan Bakar (L/min)	Prekursor	Aerosol Generator	Variabel Analisa
0.5	ZA	Two Fluid Nozzle	Pengaruh laju alir bahan bakar
0.75			
1			
0.5	ZN		
0.75			

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

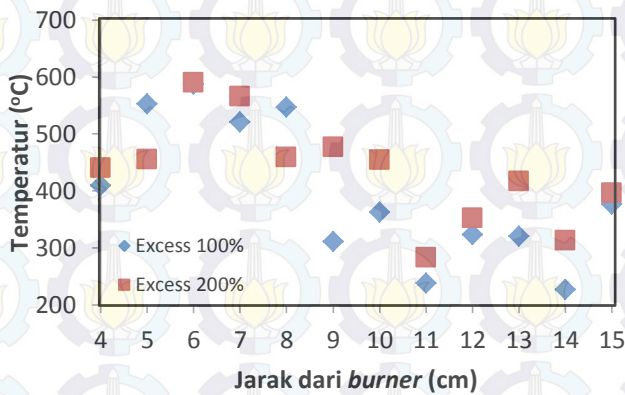
Penelitian ini bertujuan untuk mempelajari pengaruh dari laju alir bahan bakar pada proses sintesis partikel *zinc oxide* (ZnO) dengan menggunakan metode *flame spray pyrolysis*. Laju alir bahan bakar pada proses *flame spray pyrolysis* mempengaruhi beberapa faktor seperti temperatur dan *residence time* yang akan dibahas pada penelitian kali ini. Variabel-variabel yang mempengaruhi ini nantinya akan ditinjau pengaruhnya terhadap kristalinitas dan morfologi partikel ZnO yang dihasilkan.

IV.1 Pengaruh Terhadap Temperatur

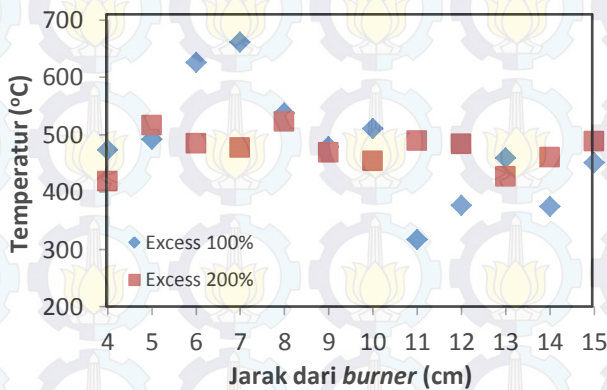
Laju alir bahan bakar merupakan salah satu komponen penting yang menentukan temperatur pada proses *pyrolysis*. Semakin besar laju alir bahan bakar pada proses pembakaran akan meningkatkan entalpi reaksi yang terjadi. Dengan kondisi *excess* yang sama, laju alir bahan bakar akan mempengaruhi jumlah mol yang ada pada produk karena semakin besar *excess* maka akan semakin besar pula komponen nitrogen dan oksigen yang terdapat pada *flue gas* yang akan mempengaruhi temperatur akhir dari sistem. Selain itu, peningkatan laju alir bahan bakar akan mempengaruhi entalpi reaksi yang dihasilkan oleh sistem, hal ini terjadi karena peningkatan bahan bakar akan berakibat meningkatnya jumlah propan dan butan yang bereaksi. Oleh karena itu temperatur merupakan salah satu variabel yang terpengaruh dari laju alir bahan bakar.

Dari pengambilan data distribusi temperatur reaktor pada pusat burner dan arah radial didapatkan data seperti Gambar IV.1 dan Gambar IV.2. Temperatur yang diukur pada pusat burner diambil pada jarak 4 hingga 15 cm dari *burner* dimana ketinggian ini merupakan posisi temperatur optimum dari pembakaran. Sedangkan temperatur yang diukur pada arah radial diambil pada

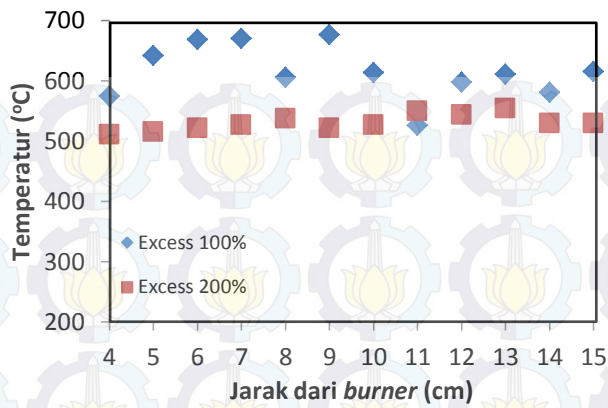
ketinggian 0 cm dari burner, hal ini dilakukan untuk melihat temperatur api tepat pada keenam bagian *nozzle burner*.



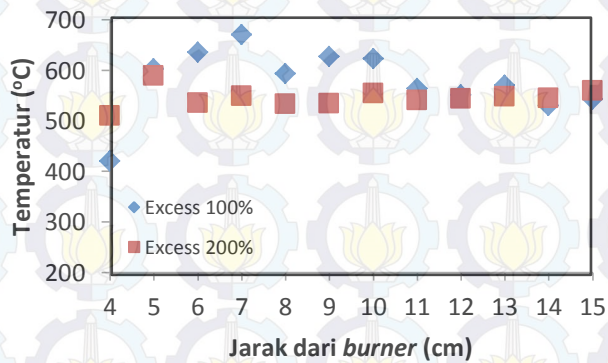
(a)



(b)



(c)



(d)

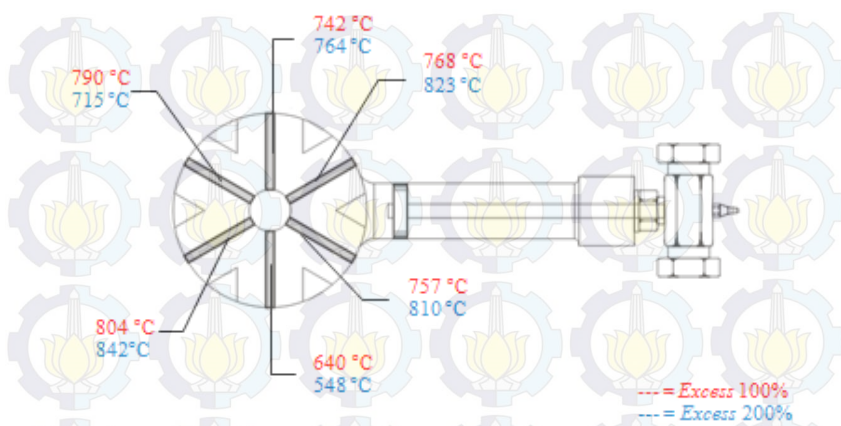
Gambar IV.1 Profil Distribusi Temperatur pada Pusat Reaktor

(a) Laju alir bahan bakar 0.25 L/min, (b) Laju alir bahan bakar 0.5 L/min, (c) Laju alir bahan bakar 0.75 L/min, (d) Laju alir bahan bakar 1 L/min

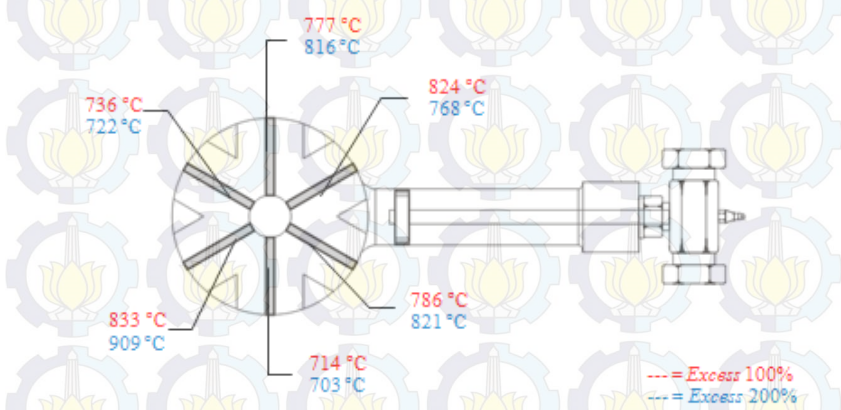
Laju alir bahan bakar pada sistem pembakaran akan mempengaruhi temperatur sistem, hal ini dikarenakan semakin besar laju alir bahan bakar dengan *excess* yang sama akan meningkatkan entalpi reaksi yang menyebabkan meningkatnya temperatur sesuai dengan persamaan termodinamika ($\Delta H = \Delta H_{298} + \Delta H_p + \Delta H_r$) pada kondisi adiabatic dimana $\Delta H = 0$, sehingga nilai dari ΔH_p akan sama dengan ΔH_{298} (Smith, Van Ness & Abbott, 2001). Dari perhitungan *theoretical flame temperature* didapatkan hasil sesuai dengan Tabel IV.1.

Tabel IV.1 Hasil Perhitungan Theoretical Flame Temperature

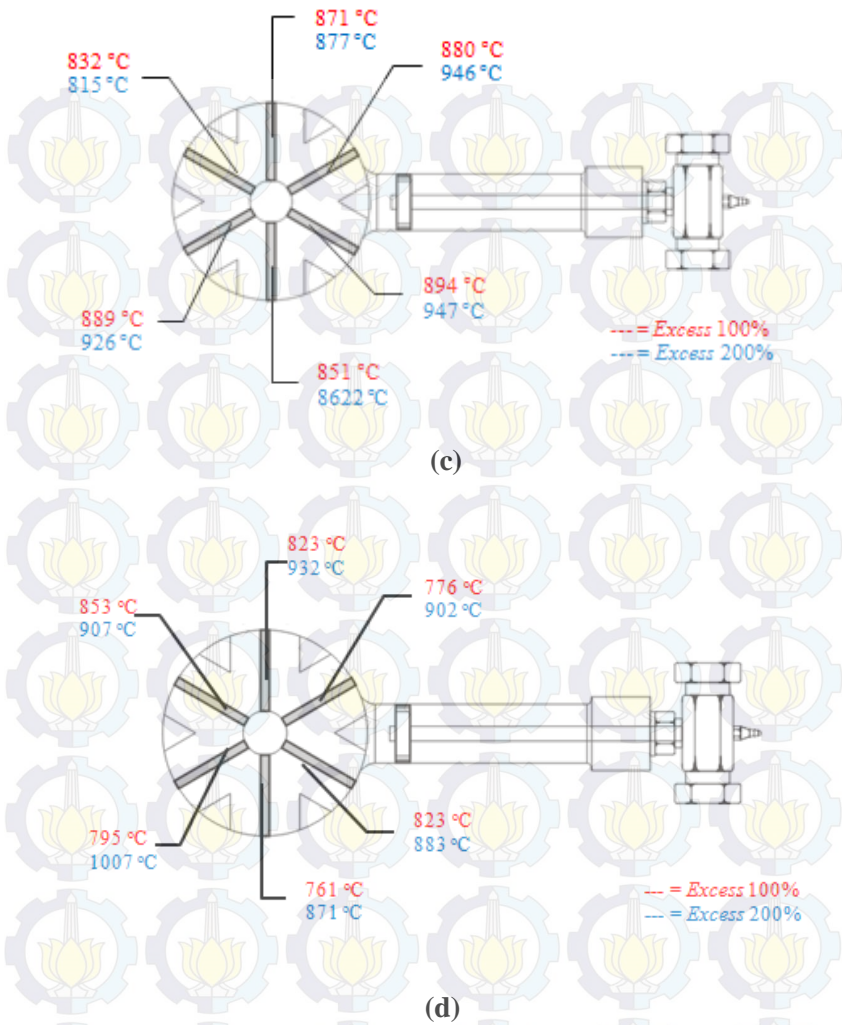
Laju Alir Bahan Bakar (L/min)	Theoretical Flame Temperature (°C)	
	Excess 100%	Excess 200%
0.25	583.54	416.18
0.5	583.54	416.4
0.75	584	416.33
1	584.52	416.55



(a)



(b)



Gambar IV.2 Profil Distribusi Temperatur pada Arah Radial (a) Laju alir bahan bakar 0.25 L/min, (b) Laju alir bahan bakar 0.5 L/min, (c) Laju alir bahan bakar 0.75 L/min, (d) Laju alir bahan bakar 1 L/min

Dari Gambar IV.1 dapat terlihat bahwa *excess* 200% menunjukkan temperatur yang cenderung stabil bila dibandingkan dengan *excess* 100% yang menunjukkan pembacaan temperatur yang turun-naik untuk setiap ketinggian. Namun pada laju alir rendah (0.25 L/min), kedua *excess* menunjukkan ketidakstabilan, hal ini dikarenakan terlalu lemahnya aliran bahan bakar. Perubahan laju alir bahan bakar rupanya tidak memberikan perubahan temperatur yang signifikan, hal ini dikarenakan pada reaksi pembakaran perubahan laju alir tidak dapat melebihi *flame temperature*. Peningkatan laju alir bahan bakar memang memberikan kalor yang lebih besar pada sistem, namun hal ini hanya memperbesar zona api pada sistem dengan temperatur yang tidak melebihi *flame temperature*.

Pada Gambar IV.1 temperatur pada *excess* 100% lebih tinggi dibandingkan *excess* 200%. Hal ini disebabkan pada pengukuran terhadap ketinggian, kondisi *flame* yang tidak stabil pada *excess* 100% menyebabkan kontur api yang bergerak melewati pusat reaktor sehingga pengukuran yang dilakukan merupakan zona api dan memiliki temperatur yang tinggi, tidak seperti pada *excess* 200% dimana zona api stabil pada bagian tepi *burner*. Sedangkan pada Gambar IV.2, temperatur secara radial menunjukkan hal yang berlawanan dengan perhitungan teoritis pada Tabel IV.2 dimana seharusnya temperatur yang dihasilkan *excess* 100% lebih tinggi dibanding *excess* 200%, hal ini terjadi mengingat secara faktual perlu dipertimbangkan bahwa % *excess* akan mempengaruhi konversi pembakaran karena kecilnya *excess* akan menyebabkan berkurangnya jumlah oksigen yang masuk sehingga dapat menyebabkan pembakaran tidak sempurna.

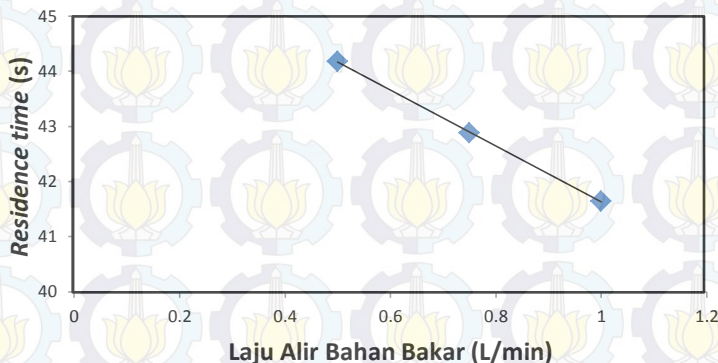
Secara teoritis pembakaran dengan *excess* yang lebih kecil akan menghasilkan temperatur sistem yang lebih tinggi, hal ini dikarenakan semakin sedikitnya komponen pada *flue gas* yang menerima kalor. Sesuai dengan persamaan entalpi ($\Delta H = m C_p \Delta T$), dimana m yang semakin kecil akan menghasilkan nilai ΔT yang semakin besar (Smith, Van Ness & Abbott, 2001).

Gambar IV.1 menunjukkan bahwa temperatur reaktor lebih stabil pada kondisi excess 200%. Hal ini terjadi karena pada excess 100% terjadi kondisi *partially premixed* yang menyebabkan kontur api tidak stabil, selain itu pada excess 100% terjadi reaksi pembakaran tidak sempurna yang diindikasikan dengan warna api yang merah dan terbentuk jelaga. Oleh karena itu laju alir bahan bakar 0.25 L/min dan kondisi excess 100% tidak dapat digunakan pada penelitian ini karena jelaga yang terbentuk dapat mempengaruhi kemurnian dari partikel ZnO yang dihasilkan.

IV.2 Pengaruh Terhadap *Residence Time*

Berbeda dengan proses *spray pyrolysis* yang memiliki sumber panas dari luar dan tidak mempengaruhi neraca massa, pada metode *flame spray pyrolysis* temperatur dipengaruhi dari laju alir bahan bakar serta *oxidizer* yang masuk pada reaktor sehingga akan mempengaruhi pola aliran di reaktor.

Meningkatnya laju alir akan mempengaruhi kecepatan aliran pada reaktor, sehingga *residence time* juga akan menurun. Hubungan dari laju alir bahan bakar dan *residence time* ditunjukkan oleh Gambar IV.3.



Gambar IV.3 Hubungan Laju Alir Bahan Bakar dengan *Residence Time*

IV.3 *Aerosol Generator*

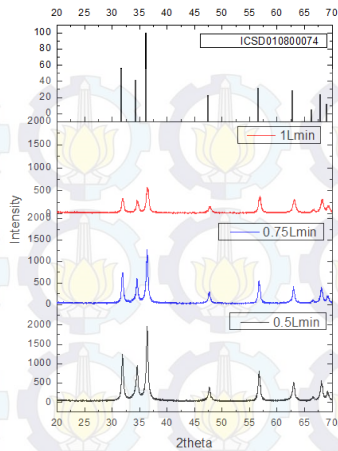
Fluid nozzle merupakan salah satu *aerosol generator* yang digunakan pada penelitian kali ini. *Fluid nozzle* memiliki karakteristik ukuran droplet yang lebih besar dibandingkan dengan *ultrasonic nebulizer*. Dalam penggunaan *fluid nozzle* pada percobaan ini dibutuhkan *peristaltic pump* untuk mendorong prekursor menuju *fluid nozzle* yang kemudian aliran fluida tersebut dipecah oleh udara yang diinjeksikan pada *fluid nozzle* sehingga dapat terbentuk droplet.

Percobaan dengan menggunakan *fluid nozzle* sebagai *aerosol generator* menggunakan laju alir prekursor 2 mL/min dan laju alir *gas carrier* 10 L/min. Dipilih laju alir prekursor kecil dan *gas carrier* besar untuk menciptakan droplet yang kecil sehingga memiliki luas permukaan kontak dengan panas semakin besar.

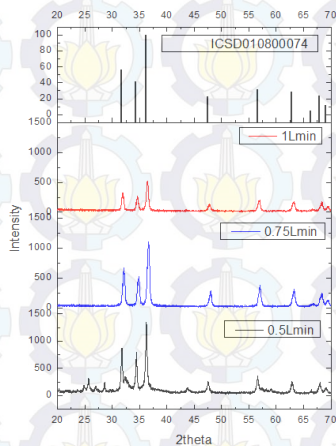
IV.4 *Kristalinitas Partikel*

Untuk menganalisa kristalinitas partikel pada penelitian kali ini digunakan XRD (X-Ray Diffraction) yang menghasilkan grafik hubungan antara intensitas yang dihasilkan oleh setiap sudut kristal. Grafik ini kemudian dicocokkan dengan grafik baku *ICSD* sebagai referensi komposisi partikel dan fasa dari kristal.

Dari penelitian ini didapatkan hasil analisa XRD seperti yang terlihat pada Gambar IV.4 dan Gambar IV.5



Gambar IV.4 Hasil Analisa XRD Prekursor *Zinc Acetate*



Gambar IV.5 Hasil Analisa XRD Prekursor *Zinc Nitrate*

Berdasarkan kode referensi 01-080-0074, hasil analisa XRD menunjukkan bahwa partikel yang terbentuk pada penelitian ini adalah ZnO dengan struktur kristal *hexagonal wurtzite* (*w-ZnO*), dimana pada penelitian sebelumnya disebutkan bahwa *w-ZnO* adalah struktur yang paling stabil dan paling sering dijumpai pada tekanan ambien (Wang, Ma, Jia, & Ji, 2012). Dari hasil analisa tersebut dapat disimpulkan bahwa *Zinc Oxide* (ZnO) dapat disintesis dari prekursor *Zinc Acetate* dan *Zinc Nitrate* dengan metode *flame spray pyrolysis*. Berdasarkan data spektrum XRD didapatkan kualitas kristal dengan melihat FWHM (*Full Width Half Maximum*) dari grafik. Pada penelitian ini didapatkan semakin rendah laju alir dari bahan bakar akan menghasilkan kualitas kristal yang semakin baik. *Growth temperature* yang lebih tinggi dari 600 K akan menghasilkan kristalinitas yang baik (Krunks et al., 1999).

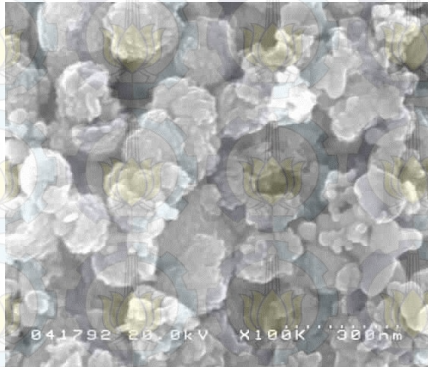
Tabel IV.2 Hasil Analisa Ukuran Kristal

Jenis Prekursor	Laju Alir Bahan Bakar (L/min)	Ukuran Kristal (nm)
<i>Zinc Acetate</i>	0.5	21.125
	0.75	21.785
	1	14.761
<i>Zinc Nitrate</i>	0.5	24.345
	0.75	15.925
	1	17.542

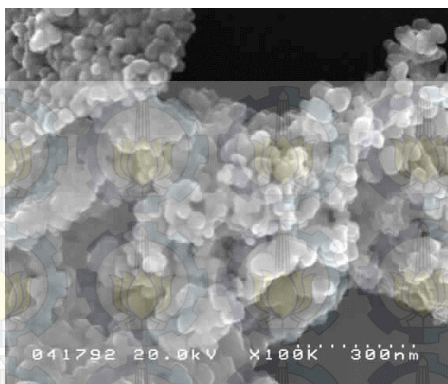
Dari Gambar IV.4 dapat dilihat bahwa prekursor *zinc acetate* memiliki *peak* maksimum yang berintensitas lebih tinggi dibandingkan *zinc nitrate* pada laju alir yang sama, hal ini menunjukkan bahwa kristal ZnO yang dihasilkan dari prekursor *zinc acetate* memiliki kristalinitas yang lebih baik.

IV.5 Morfologi Partikel

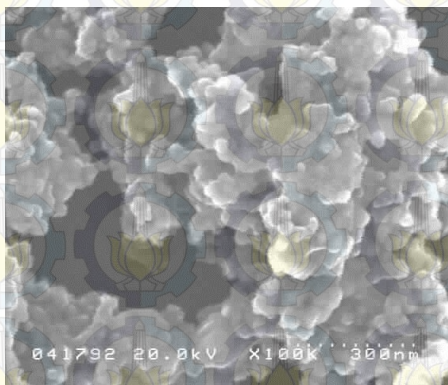
Morfologi partikel dianalisa menggunakan *Scanning Electromagnetic Microscope (SEM)* yang menghasilkan citra dari partikel ZnO. Hasil pencitraan ini digunakan untuk melihat bentuk morfologi dari partikel dan mengukur diameter partikel yang dihasilkan. Berdasarkan analisa SEM yang telah dilakukan, didapatkan hasil pencitraan seperti pada Gambar IV.5 hingga Gambar IV.10.



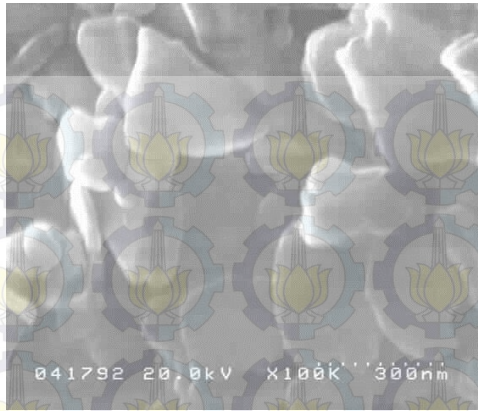
Gambar IV.6 Morfologi Hasil Partikel Prekursor Zinc Acetate dengan Laju Alir Bahan Bakar 0.5 L/min



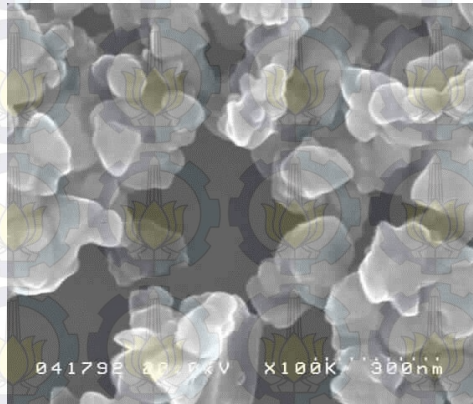
Gambar IV.7 Morfologi Hasil Partikel Prekursor *Zinc Acetate* dengan Laju Alir Bahan Bakar 0.75 L/min



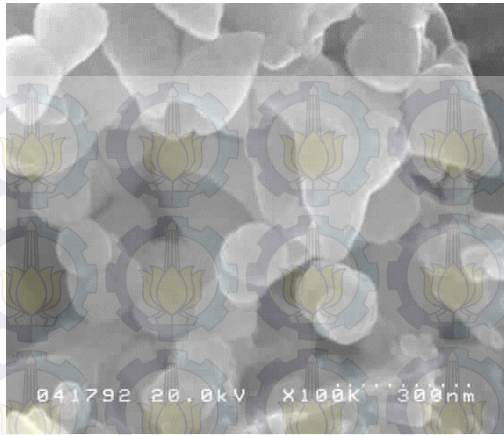
Gambar IV.8 Morfologi Hasil Partikel Prekursor *Zinc Acetate* dengan Laju Alir Bahan Bakar 1 L/min



Gambar IV.9 Morfologi Hasil Partikel Prekursor *Zinc Nitrate* dengan Laju Alir Bahan Bakar 0.5 L/min

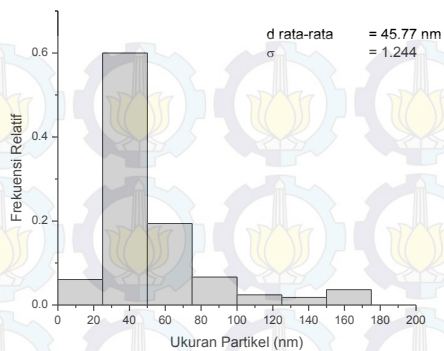


Gambar IV.10 Morfologi Hasil Partikel Prekursor *Zinc Nitrate* dengan Laju Alir Bahan Bakar 0.75 L/min

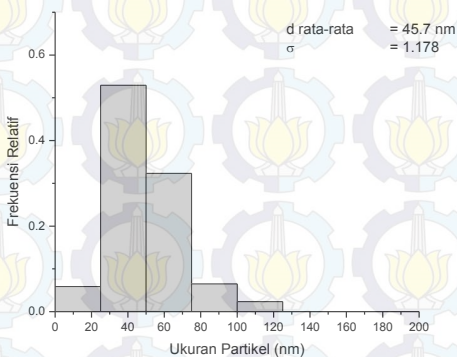


Gambar IV.11 Morfologi Hasil Partikel Prekursor *Zinc Nitrate* dengan Laju Alir Bahan Bakar 1 L/min

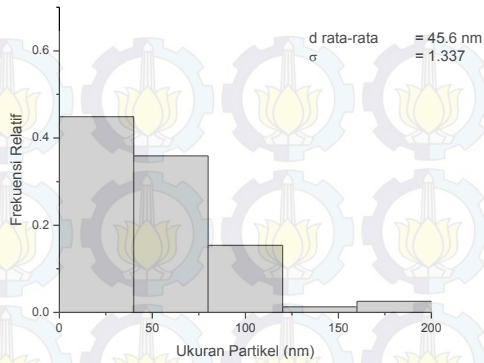
Dari Gambar IV.6 hingga Gambar IV.11 dapat terlihat bahwa partikel yang terbentuk dari prekursor *Zinc Acetate* dengan metode *flame spray pyrolysis* memiliki morfologi *sphere*, sedangkan partikel yang terbentuk dari prekursor *Zinc Nitrate* memiliki morfologi yang tidak beraturan. Hasil yang sama juga telah diutarakan pada penelitian dengan menggunakan prekursor *zinc acetate* sebelumnya, dimana pada temperatur menengah (575-675 K) *solvent* menguap sebelum droplet mencapai daerah substrat, sehingga ZnO dengan morfologi *spherical* dan ukuran partikel 50-100 nm terbentuk (Krunks et al., 1999).



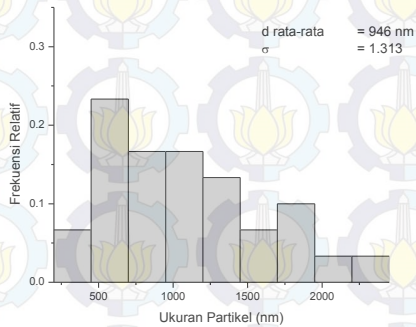
Gambar IV.12 Grafik Distribusi Partikel Prekursor Zinc Acetate dengan Laju Alir Bahan Bakar 0.5 L/min



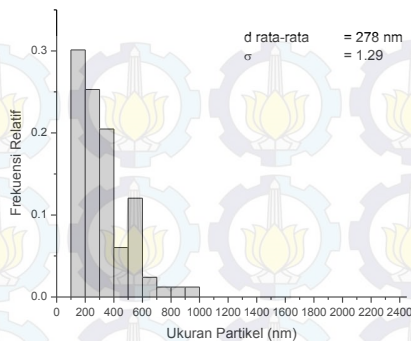
Gambar IV.13 Grafik Distribusi Partikel Prekursor Zinc Acetate dengan Laju Alir Bahan Bakar 0.75 L/min



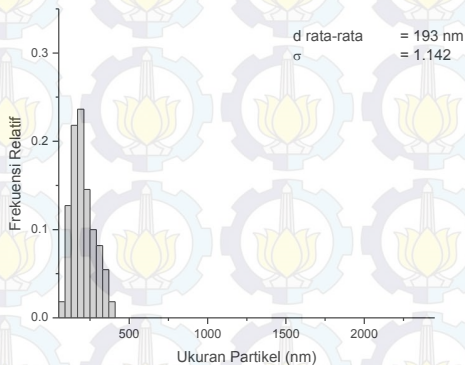
Gambar IV.14 Grafik Distribusi Partikel Prekursor Zinc Acetate dengan Laju Alir Bahan Bakar 1 L/min



Gambar IV.15 Grafik Distribusi Partikel Prekursor Zinc Nitrate dengan Laju Alir Bahan Bakar 0.5 L/min



Gambar IV.16 Grafik Distribusi Partikel Prekursor *Zinc Nitrate* dengan Laju Alir Bahan Bakar 0.75 L/min



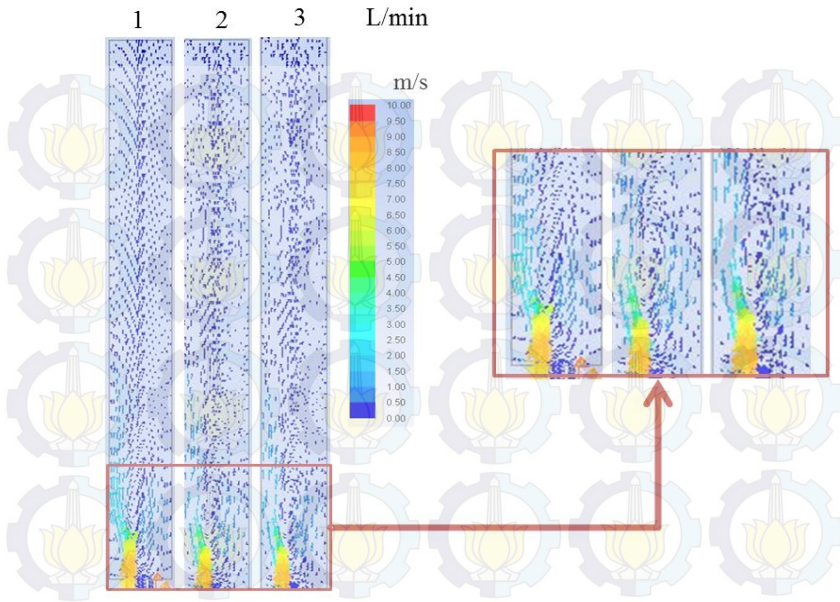
Gambar IV.17 Grafik Distribusi Partikel Prekursor *Zinc Nitrate* dengan Laju Alir Bahan Bakar 1 L/min

Dari distribusi partikel tersebut didapatkan diameter geometri rata-rata dari ukuran partikel dengan prekursor *zinc acetate* berturut-turut dari laju alir 0.5 L/min adalah 45.77 nm, 45.7 nm, dan 45.6 nm. Sedangkan pada prekursor *zinc nitrate*, diameter geometri rata-rata dari ukuran partikel berturut-turut dari laju alir 0.5 L/min adalah 946 nm, 278 nm, dan 193 nm. Dari data tersebut diketahui bahwa laju alir bahan bakar berbanding terbalik dengan ukuran partikel ZnO yang dihasilkan. Korelasi ini disebabkan karena meningkatnya laju alir bahan bakar akan menurunkan *residence time* dari partikel sehingga mengurangi probabilitas dari partikel untuk saling bertumbukan secara inelastis dan terbentuk partikel yang lebih besar. Distribusi ukuran dari hasil partikel ditunjukkan dari nilai simpangan baku pada data tersebut seperti yang tertera pada Tabel IV.3.

Tabel IV.3 Data Simpangan Baku Ukuran Partikel

Jenis Prekursor	Laju Alir Bahan Bakar		Standar Deviasi
	(L/min)		
Zinc Acetate	0.5	1.244	
	0.75	1.178	
	1	1.337	
Zinc Nitrate	0.5	1.313	
	0.75	1.29	
	1	1.142	

Dari hasil ini dapat diambil kesimpulan bahwa pada sintesis ZnO dengan metode *Flame Spray Pyrolysis* laju alir bahan bakar berbanding terbalik dengan ukuran partikel yang dihasilkan.

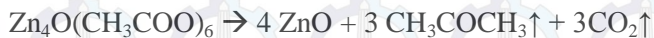
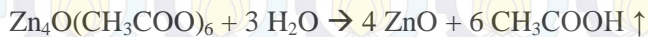


Gambar IV.18 Vektor Kecepatan Fluida dengan Variasi Laju Alir Gas Pembawa: *Species Transport*

Gambar IV.18 merupakan simulasi CFD (*Computational Fluid Dynamic*) arah aliran *carrier gas* pada kolom dengan variasi laju alir 1, 2, dan 3 L/min. Gambar IV.4 menunjukkan bahwa terjadi pusaran pada dasar reaktor, dan pusaran ini semakin besar dengan meningkatnya laju alir *carrier gas*. Hal ini membuktikan bahwa dengan laju alir *carrier gas* 10 L/min yang digunakan pada penelitian ini menyebabkan meningkatnya kemungkinan terjadinya aglomerasi pada partikel yang dihasilkan. Dengan jumlah kristal penyusun yang sama, semakin besar ukuran kristal akan menghasilkan ukuran partikel yang semakin besar pula, namun pada penelitian ini kedua hal tersebut tidak dapat dikorelasikan karena adanya faktor aglomerasi pada pembentukan partikel.

IV.6 Mekanisme Pembentukan Partikel

Dalam penelitian ini terjadi peristiwa pembentukan partikel dari droplet yang dibentuk melalui *two fluid nozzle*. Dalam proses pembentukan partikel tersebut terdapat berbagai kemungkinan tahapan seperti yang tertera pada Gambar II.2. Dalam penelitian kali ini, prekursor yang berasal dari *zin acetate* dan *zinc nitrate* diinjeksikan ke dalam reaktor berupa droplet yang kemudian berkontak dengan api hasil pembakaran bahan bakar dan *oxidizer* dimana prekursor *zinc acetate* terdekomposisi pada 200°C mengikuti persamaan,



(Lin & Li, 2009)

dan *zinc nitrate* terdekomposisi pada 450°C mengikuti persamaan,



(Bahadur et al., 2007)

Setelah *zinc oxide* terbentuk pada fase liquid fase nukleasi dimulai. Fase nukleasi merupakan fase dimana terbentuknya inti partikel ZnO yang akan menginisiasi kristalisasi pada ZnO. Proses pertumbuhan partikel berjalan hingga waktu tertentu, dimana pada saat yang sama komponen lain seperti air,

asam asetat, karbon dioksida, dan lain sebagainya menguap, fase ini disebut fase *drying*.

Fase berikutnya merupakan fase sintering, sintering merupakan fase pemanasan partikel namun tidak sampai pada titik leleh dari partikel tersebut. Fase sintering menyebabkan partikel memiliki sifat yang semakin kuat. Fase sintering dimulai pada saat komponen uap disekeliling partikel hilang sehingga tidak terjadi tekanan balik dari ruang kosong diantara partikel (www.ipmd.net). Fase sintering merupakan fase yang menentukan ukuran partikel, dimana pada partikel *zinc oxide* fase sintering terjadi pada temperatur 700-1400°C dan semakin tinggi temperatur sintering akan menghasilkan partikel yang semakin besar (Sedky et al., 2012). Pusat reaktor memiliki temperatur kisaran 500°C, dimana temperatur ini tidak mencukupi untuk mencapai fase sintering pada partikel ZnO, namun aliran fluida yang berputar seperti yang ditunjukkan pada Gambar IV.18 membawa partikel ke daerah burner yang memiliki temperature 800-1000°C, sehingga fase sintering masih dapat tercapai. Pola alir dalam reaktor yang ditunjukkan oleh Gambar IV.18 memperkuat bukti bahwa terjadi aliran yang menyebabkan partikel bertumbukan satu sama lain dalam fase sintering yang menyebabkan ukuran partikel bertambah besar.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

V.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang didapat dari penelitian ini adalah:

1. Laju alir bahan bakar pada *flame spray pyrolysis* mempengaruhi temperatur reaktor dan waktu reaksi.
2. Laju alir bahan bakar tidak mempengaruhi morfologi partikel ZnO.
3. Laju alir bahan bakar berbanding terbalik dengan ukuran partikel yang dihasilkan.

V.2 Saran

Saran dari penulis mengenai penelitian ini adalah:

1. Memperbaiki *electrostatic precipitator* sehingga dapat menangkap partikel hasil sintesis.
2. Mencari kondisi operasi optimum (laju alir prekursor dan *gas carrier*) sehingga aliran prekursor tidak menyebar dan menempel pada dinding reaktor.
3. Memperbaiki desain *burner* sehingga didapatkan morfologi api yang terpusat dan stabil.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., F. Iskandar, K. Okuyama. (2001). Stable Photoluminescence of Zinc Oxide Quantum Dots in Silica Nanoparticles Matrix Prepared by Combined Sol-gel and Spray Drying Method, *Journal of Applied Physics*. 89(11), 6431-6434.
- Abdullah, M., F. Iskandar, K. Okuyama. (2009). Review: Karakterisasi Nanomaterial. *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*, 2(1), 1-9.
- Bahadur, H., Srivastava, a. K., Sharma, R. K., & Chandra, S. (2007). Morphologies of sol-gel derived thin films of zno using different precursor materials and their nanostructures. *Nanoscale Research Letters*, 2, 469–475.
- Gurav, A., Kodas, T., Pluym, T., & Xiong, Y. (1993). Aerosol Processing of Materials. *Aerosol Science and Technology*, 19(4), 411–452.
- Koch, U., Fojtik, A. I., & Weller, H. (1985). Photochemistry of Semiconductor Preparation of Extremely Small ZnO Particles, Fluoresence Phenomena and Size Quantitation. *Chemical Physics Letters*. 122(5), 507-510.
- Kołodziejczak-Radzimska, A., & Jesionowski, T. (2014). Zinc Oxide—From Synthesis to Application: A Review. *Materials*, 7, 2833–2881.
- Krunk, K., Bijakina, O., Mikli, V., Varema, T., & Mellikov, E. (1999). Zinc Oxide Thin Films by Spray Pyrolysis Method. *Physica Scripta*, T79(1), 209.

Lee, S., Song, D., Kim, D., Lee, J., Kim, S., Park, I. Y., & Choi, Y. D. (2004). Effects of synthesis temperature on particle size/shape and photoluminescence characteristics of ZnS:Cu nanocrystals. *Materials Letters*, 58, 342–346.

Lin, C. C., & Li, Y. Y. (2009). Synthesis of ZnO nanowires by thermal decomposition of zinc acetate dihydrate. *Materials Chemistry and Physics*, 113(2009), 334–337.

Nawaz, H. R., Solangi, B. a, Zehra, B., & Nadeem, U. (2011). Preparation of Nano Zinc Oxide and its Application in Leather as a Retanning and Antibacterial Agent. *Industrial Research*, 2(4), 164–170.

Ningtyas, L. and G. D. Amerina. 2010. Alumunium Zinc Oxide (AZO) Powder Synthesis by Spray Pyrolysis Method. *Skripsi 2010*. Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Rensmo, H., K. Keis, H. Lindstorm, S. Sodergren, A. Solbrend, A. Hagefldt, S. E. Lindquist, L. N. Wang, M. Muhammed. (1997). High Light-to-Energy Conversion Efficiencies for Solar Cells Based on Nanostructured ZnO Electrodes. *Journal Physics Chemistry*. 101(14). 2598-2601.

Samant, K. D., & O'Young, L. (2006). Understanding Crystallization and Crystallizer. *Chemical Engineering Progress*, 102(10), 28-37.

Sedky, a., El-Brolossy, T. a., & Mohamed, S. B. (2012). Correlation between sintering temperature and properties of ZnO ceramic varistors. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 73(3), 505–510.

Solero, G., Cignoli, F., Maffi, S., Zizak, G., Alberti, S., & Brescia, I. (2009). Flame Spray Pyrolysis for Synthesis of Nanoparticles, 1, 1–6.

Strobel, R., Pratsinis, S. E. (2007). Flame Aerosol Synthesis of Smart Nanostructured Materials. *Journal of Materials Chemistry*, 17, 4743–4756.

Sun, X., Zhang, H., Xu, J., Zhao, Q., Wang, R., & Yu, D. (2004). Shape controllable synthesis of ZnO nanorod arrays via vapor phase growth. *Solid State Communications*, 129(12), 803–807. doi:10.1016/j.ssc.2003.11.051

Tani, T., Lutz, M., Pratsinis, S. S. E., & Mädler, L. (2002). Homogeneous ZnO nanoparticles by flame spray pyrolysis. *Journal of Nanoparticle Research*, 4, 337–343. doi:10.1023/A:1021153419671

Taufiq. (2008). Comparison of Stainless Steel Ring Temperature and Ceramic Ring Temperature in Flame Lift-Up Phenomenon. *Skripsi 2008*. Universitas Indonesia.

Teoh, W. Y., Amal, R., & Mädler, L. (2010). Flame spray pyrolysis: An enabling technology for nanoparticles design and fabrication. *Nanoscale*, 2, 1324–1347.

Thiébaud, B. (2011). Flame spray pyrolysis: A unique facility for the production of nanopowders. *Platinum Metals Review*, 55(2), 149–151.

Wang, V., Ma, D., Jia, W., & Ji, W. (2012). Structural and electronic properties of hexagonal ZnO: A hybrid functional study. *Solid State Communications*, 152(22), 2045–2048.

Widiyastuti, W., Purwanto, A., Wang, W., & Iskandar, F. (2009). Nanoparticle Formation Through Solid-Fed Flame Synthesis: Experiment and Modeling. *AIChE Journal*. 55(4). 885-895

Zaman, M. R., M. S. R. Kharisma. Silica Sol and ZnO Slurry Drying With Spray Dryer and the Application of Flame in Silica Sol Drying. *Skripsi 2014*. Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

http://www.ipmd.net/Introduction_to_powder_metallurgy/Sintering. Diakses pada 29 Juni 2015.

LAMPIRAN

APPENDIKS

1. Pembuatan Prekursor *Zinc Acetate*

Bahan yang digunakan:

- Kristal $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ p.a. E. Merck KGaA, 64271 Darmstadt, Germany 99.5%
- Aquades

Menentukan massa $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ yang dibutuhkan dalam 0.1 L larutan 0.1 M.

$$mol = M \times volume$$

$$= 0.1 \frac{mol}{L} \times 0.1 L$$

$$= 0.01 \text{ mol}$$

$$m = mol \times Mr$$

$$= 0.01 \text{ mol} \times 219.49 \text{ g/mol}$$

$$= 2.1949 \text{ g}$$

$$m_{total} = \frac{100 \%}{99,5 \%} \times 2.1949 \text{ g}$$

$$= 2.2059 \text{ g}$$

2. Pembuatan Prekursor Zinc Nitrate

Bahan yang digunakan:

- Kristal $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ p.a. E. Merck KGaA, 64271 Darmstadt, Germany 98.5%
- Aquades

Menentukan massa $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ yang dibutuhkan dalam 0.1 L larutan 0.1 M.

$$mol = M \times volume$$

$$= 0.1 \frac{mol}{L} \times 0.1 L$$

$$= 0.01 mol$$

$$m = mol \times Mr$$

$$= 0.01 mol \times 261.4 g/mol$$

$$= 2.614 g$$

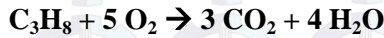
$$m_{total} = \frac{100 \%}{98.5 \%} \times 2.614 g$$

$$= 2.6538 g$$

3. Perhitungan *Theoretical Flame Temperature*

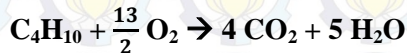
Perhitungan *Theoretical Flame Temperature* untuk variabel laju alir bahan bakar 0.5 L/min dan *excess* 200%.

Rx 1:



$$\begin{aligned}\Delta H_{298}(1) &= 3 \times \Delta H_{298}\text{CO}_2 + 4 \times \Delta H_{298}\text{H}_2\text{O} \\ &\quad - \Delta H_{298}\text{C}_3\text{H}_8 \\ &= 3 \times -393,509 + 4 \times -241,818 \\ &\quad - (-104,680) \\ &= -2043.119 \text{ KJ/mol}\end{aligned}$$

Rx 2:



$$\begin{aligned}\Delta H_{298}(2) &= 4 \times \Delta H_{298}\text{CO}_2 + 5 \times \Delta H_{298}\text{H}_2\text{O} \\ &\quad - \Delta H_{298}\text{C}_4\text{H}_{10} \\ &= 4 \times -393,509 + 5 \times -241,818 \\ &\quad - (-125,790) \\ &= -2657.336 \text{ KJ/mol}\end{aligned}$$

Komposisi inlet ($T_{\text{inlet}} = 35^\circ\text{C}$):

$$\text{C}_3\text{H}_8 = 0.01 \text{ mol}$$

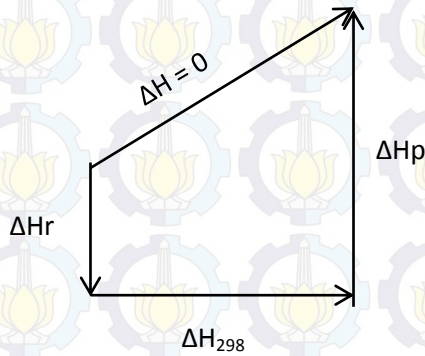
$$\text{C}_4\text{H}_{10} = 0.01 \text{ mol}$$

$$\text{O}_2 = 0.35 \text{ mol}$$

$$\text{N}_2 = 1.317 \text{ mol}$$

$$\begin{aligned}\Delta H_{298} &= \Delta H_{298}(1) \times n_{C_3H_8} + \Delta H_{298}(2) \times n_{C_4H_{10}} \\ &= -2043.119 \times 0.01 + -2657.336 \times 0.01 \\ &= -20.458 \text{ KJ}\end{aligned}$$

Asumsi: Adiabatis ($\Delta H=0$)



Perhitungan ΔH_r :

$$\Delta H_r = (Cp)_H \times \Delta T$$

$$MCPH = \frac{(Cp)_H}{R}$$

$$MCPH = \Delta A + \frac{\Delta B}{2} T_0(\tau + 1) + \frac{\Delta C}{3} T_0^2(\tau^2 + \tau + 1) + \frac{\Delta D}{\tau T_0^2}$$

Komponen	A	$10^3 B$	$10^6 C$	$10^{-5} D$
O ₂	3.639	0.506		-0.227
N ₂	3.28	0.593		0.04
CO ₂	5.457	1.03		-1.16
H ₂ O	3.47	1.45		0.121
C ₃ H ₈	1.213	28.8	-8.82	

C_4H_{10}	1.935	36.9	-11.4	
-------------	-------	------	-------	--

(Smith, Van Ness & Abbott, 2001)

$$\Delta A = n_{C_3H_8} \times A_{C_3H_8} + n_{C_4H_{10}} \times A_{C_4H_{10}} + n_{O_2} \times A_{O_2} + n_{N_2} \times A_{N_2}$$

$$= 0.01 \times 1.213 + 0.01 \times 1.935 + 0.35 \times 3.639 + 1.317 \times 3.28$$

$$\Delta A = 5.625$$

$$\Delta B = 1.62 \times 10^{-3}$$

$$\Delta C = -2.02 \times 10^{-7}$$

$$\Delta D = -2.68 \times 10^3$$

$$\tau = \frac{T}{T_0}$$

$$\tau = \frac{298.15}{308.15} = 0.968$$

$$(Cp)_H = MCPH \times R$$

$$(Cp)_H = 6.067 \times 8.314 = 50.439$$

$$\Delta H_r = (Cp)_H \times (T - T_0)$$

$$\Delta H_r = 50.439 \times (298.15 - 308.15) = -504.392$$

Rx 1:

C_3

5

3

4

	H ₈	O ₂	CO	H ₂ O
	0.0	0.	2	
	1	35		
	0.0	0.	0.03	0.04
	1	05		
	-	0.	0.03	0.04
		3		
Rx 2:				
	C ₄	6.5	4	5
	H ₁₀	O ₂	CO	H ₂ O
			2	
	0.0	0.3		
	1			
	0.0	0.0	0.04	0.05
	1	65		
	-	0.2	0.04	0.05
		35		
Komposisi outlet:				
O ₂	= 0.235 mol			
N ₂	= 1.317 mol			
CO ₂	= 0.07 mol			
H ₂ O	= 0.09 mol			

$$\Delta H = \Delta H_{298} + \Delta H_p + \Delta H_r$$

$$0 = 20457.76 + \Delta H_p + -504.392$$

$$\Delta H_p = -19953.368$$

$$\Delta H_p = (Cp)_H \times (T - 298.15)$$

Dengan perhitungan yang sama seperti ΔH_r , nilai T dicari dengan menggunakan metode *trial and error* hingga nilai T konvergen. Dari perhitungan didapatkan nilai T = 420.23 °C

4. Perhitungan *Residence Time*

Perhitungan *residence time* untuk variabel laju alir bahan bakar 0.5 L/min dan *excess* 200% adalah sebagai berikut:

$$\text{Fuel rates} = 0.5 \text{ L/min}$$

$$\text{Oxidizer rates} = 2.5 \text{ KNm}^3/\text{h}$$

$$= 0.15 \text{ L/min}$$

$$\text{Gas carrier rates} = 10 \text{ L/min}$$

$$\text{Precursor rates} = 10 \text{ mL/min}$$

$$= 0.01 \text{ L/min}$$

$$Q_{total} = Q_{fuel} + Q_{oxidizer} + Q_{gas carrier} + Q_{precursor}$$

$$= 0.5 + 0.15 + 10 + 0.01$$

$$\text{Laju alir total} = 10.66 \text{ L/min}$$

$$= 10660 \text{ cm}^3/\text{min}$$

$$D_{\text{reaktor}} = 10 \text{ cm}$$

$$A_{\text{reaktor}} = \frac{\pi D_{\text{reaktor}}^2}{4}$$

$$A_{\text{reaktor}} = \frac{3.14 \times 10^2}{4}$$

$$A_{\text{reaktor}} = 78.5 \text{ cm}^2$$

$$v_{\text{fluida}} = \frac{Q_{\text{total}}}{A_{\text{reaktor}}}$$

$$v_{\text{fluida}} = \frac{10660}{78.5}$$

$$= 135.8 \text{ cm}/\text{min}$$

$$h_{\text{reaktor}} = 100 \text{ cm}$$

$$t_{\text{residence}} = \frac{h_{\text{reaktor}}}{v_{\text{fluida}}}$$

$$t_{\text{residence}} = \frac{100}{135.8}$$

$$t_{\text{residence}} = 0.736 \text{ min}$$

5. Perhitungan Diameter Kristal

Perhitungan diameter kristal untuk variabel prekursor *zinc acetate* dengan laju alir bahan bakar 1 L/min menggunakan persamaan Sherrer adalah sebagai berikut:

$$d_{kristal} = \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta}$$

$$\begin{aligned} K &= 0.9 \\ \lambda &= 1.54 \text{ \AA} \end{aligned}$$

$$\beta = \sqrt{FWHM_{sampel}^2 - FWHM_{standar}^2}$$

Karena $FWHM_{standar}$ sangat kecil maka,

$$\beta = FWHM_{sampel}$$

$$= 0.567^\circ$$

$$= 0.567^\circ \times \frac{\pi}{180^\circ} = 0.009889 \text{ rad}$$

$$\theta = \frac{\theta_{maximum\ peak}}{2}$$

$$\theta = \frac{36.4^\circ}{2} = 18.2^\circ$$

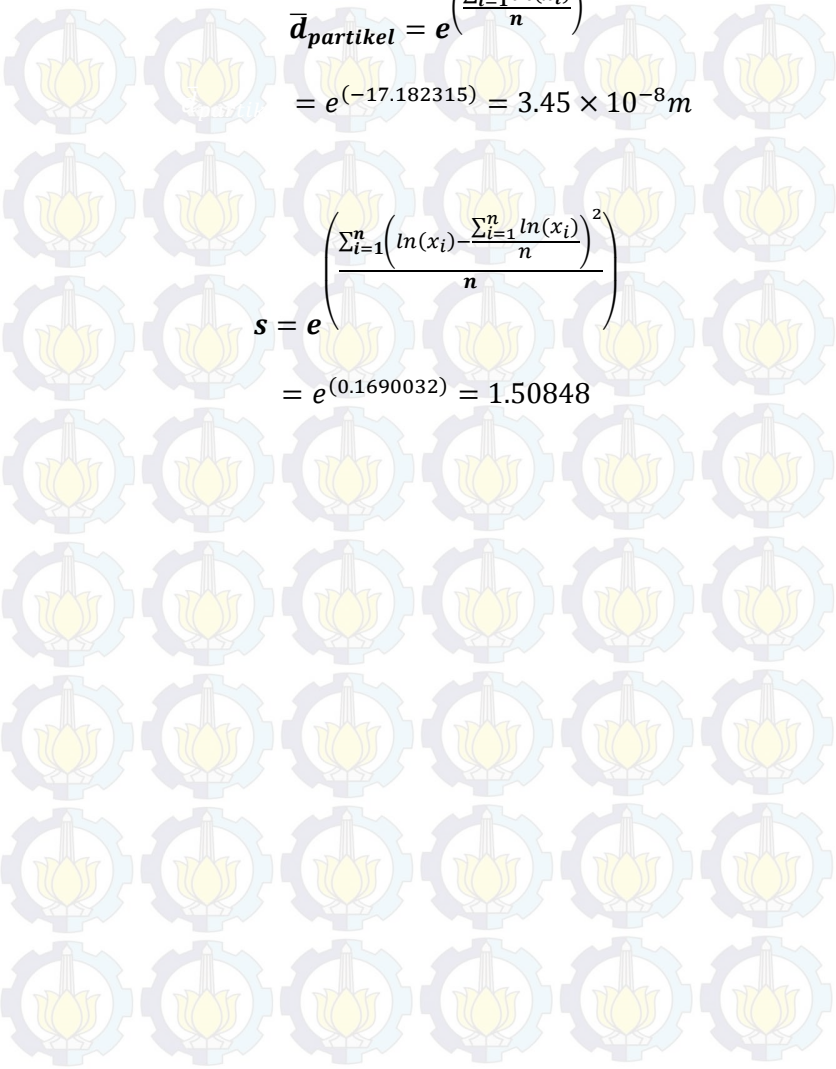
$$= 18.2^\circ \times \frac{\pi}{180^\circ} = 0.318 \text{ rad}$$

$$d_{kristal} = \frac{0.9 \times 1.54}{0.009889 \times \cos(0.318 \text{ rad})} = 14.761 \text{ nm}$$

6. Perhitungan *Geometry Mean* dan Simpangan Baku Ukuran Partikel

Berikut adalah data ukuran partikel untuk variabel prekursor *zinc acetate* dengan laju alir bahan bakar 0.75 L/min:

Data ke-	x_i (nm)	$\ln(x_i)$	$\left(\ln(x_i) - \frac{\sum_{i=1}^n \ln(x_i)}{n}\right)^2$
1	3.03846E-08	-17.3093294	0.0161326
2	1.65385E-08	-17.9175772	0.5406102
3	3.36538E-08	-17.2071385	0.0006162
4	2.46154E-07	-17.5198942	0.1139596
5	3.96154E-08	-17.0440483	0.0191177
6	1.80769E-08	-17.8286297	0.4177225
.....
13	5.84615E-08	-16.6548968	0.2781702
14	5.98077E-08	-16.6321316	0.302702
Rata-rata		-17.182315	0.1690032



$$\begin{aligned}\bar{d}_{partikel} &= e^{\left(\frac{\sum_{i=1}^n \ln(x_i)}{n}\right)} \\ &= e^{(-17.182315)} = 3.45 \times 10^{-8} m\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}s &= e^{\left(\frac{\sum_{i=1}^n \left(\ln(x_i) - \frac{\sum_{i=1}^n \ln(x_i)}{n}\right)^2}{n}\right)} \\ &= e^{(0.1690032)} = 1.50848\end{aligned}$$

BIODATA PENULIS



Ridho Budi Insani lahir pada 14 September 1991 di Surabaya, Jawa Timur. Anak pertama dari pasangan Nur Kholis dan Afiyah ini telah menempuh pendidikan TK Bhakti V Gresik, SD Muhammadiyah Gresik dan lulus dari SDN Latsari I Tuban, SMP Negeri 1 Tuban, SMA Negeri 5 Surabaya, dan sempat melanjutkan pendidikan di S1 Ilmu Hukum Universitas Airlangga namun memutuskan untuk melanjutkan pendidikan di S1 Teknik Kimia FTI ITS. Di akhir studi S1, penulis bergabung dalam Laboratorium Mekanika Fluida dan Pencampuran Teknik Kimia ITS dan telah menyelesaikan tugas pra-desain pabrik kimia berjudul “Pabrik Biodiesel dari *Crude Palm Oil*” dan skripsi berjudul “Pengaruh Laju Alir Bahan Bakar pada Sintesis ZnO dengan Metode *Flame Spray Pyrolysis*” di bawah bimbingan Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng dan Dr. Widiyastuti, S.T., M.T.

Nama : Ridho Budi Insani

TTL : Surabaya, 14 September 1991

No. Handphone : 081320047288

Alamat : Perum Tuban Akbar Jalan Walet No.5

Email : ridhobudiinsani@yahoo.com

BIODATA PENULIS



Himawan Ramadhan Auditiardy lahir pada 10 Maret 1994 di Malang, Jawa Timur. Anak pertama dari pasangan Banu Julianto dan Noorma Rosita ini telah menempuh pendidikan TK Idhata UNESA (1999), SD Laboratorium UNESA (2005), SMP Negeri 12 Surabaya (2008), SMA Negeri 5 Surabaya (2011), dan S1 Teknik Kimia FTI ITS (2015). Di akhir studi S1, penulis bergabung dalam Laboratorium Mekanika Fluida dan Pencampuran Teknik Kimia ITS dan telah menyelesaikan tugas pra-desain pabrik kimia berjudul “Pabrik Biodiesel dari *Crude Palm Oil*” dan skripsi berjudul “Pengaruh Laju Alir Bahan Bakar pada Sintesis ZnO dengan Metode *Flame Spray Pyrolysis*” di bawah bimbingan Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng dan Dr. Widiyastuti, S.T., M.T.

Nama : Himawan Ramadhan Auditiardy

TTL : Malang, 10 Maret 1994

No. Handphone : 085755223369

Alamat : Ketintang Wiyata II/26 Surabaya, 60231

Email : auditiardy@yahoo.com